



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université "Mouloud Mammeri" Tizi-Ouzou
Faculté des Sciences biologiques et des Sciences Agronomiques
Département d'Agronomie

Mémoire de fin de cycle

en vue de l'obtention du diplôme de Master

Domaine: Sciences de la Nature et de la Vie

Filière: Sciences alimentaires

Spécialité : Sécurité agroalimentaire et assurance qualité

Thème

EFFET DU TRAITEMENT THERMO-OXYDATIF
SUR LES CARACTERISTIQUES PHYSICO-
CHIMIQUES DE L'HUILE DE SOJA

Présenté par

-M. ADDOUCHE Mohamed
-M. AIT ALI Mustapha

Proposé et dirigé par

- M. SADOUDI R. Maître de conférences A

***Devant le jury**

-**Président** : M. AMIR Y. Professeur

-**Examineur** : M. BENGANA M. Maître de conférences B

2020-2021

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier le bon DIEU tout puissant, de nous avoir donné le courage, la patience et la volonté pour accomplir ce travail.

La rédaction de ce mémoire nous donne l'occasion de remercier toutes les personnes qui ont participé et contribué au bon déroulement de ce mémoire.

Nous tenons à exprimer, en premier lieu, nos plus vifs remerciements à Monsieur SADOUDI R Maître de conférences de classe A au département des sciences agronomiques à L'UMMTO, pour avoir accepté de diriger ce travail , pour son encadrement, pour avoir mis à notre disposition les moyens expérimentaux nécessaires au bon déroulement de ce projet mais aussi et surtout pour ses qualités humaines et scientifiques toujours en toute modestie, sa passion et sa confiance qu'il a bien voulu nous accorder tout au long de ce travail.

Nous voulons adresser nos plus vifs remerciements à Mr AMIR Y. Professeur à l'UMMTO pour l'honneur qu'il nous a fait en acceptant la présidence de ce jury.

Nous tenons à remercier très sincèrement Mr BENGANA M. Maître de conférences B à l'UMMTO d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous tenons à remercier Mr METNA enseignant au département sciences Agronomiques à l'UMMTO, pour l'aide qu'il nous a apporté dans l'étude statistique.

Nous remercions également les responsables du laboratoire commun d'analyse physico-chimique de la faculté de l'UMMTO pour leurs aides, leurs soutien et le temps qu'ils ont bien voulu consacrer à nous tenons compagnie au cours de notre travail.

Enfin, nous adressons nos remerciements les plus sincères à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la concrétisation de ce travail.

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

A **ma chère mère**, pour son affection et son amour qui m'ont donné le courage et la force d'avancer dans les moments les plus difficiles.

A **mon cher père**, pour sa confiance, ses conseils ainsi que son soutien moral tout au long de mes études.

A **ma sœur**, que j'aime tant et qui a toujours été là pour me soutenir moralement et émotionnellement.

A **mes professeurs**, Pour leur orientation et leurs conseils durant ma formation.

Aussi les enseignants qui m'ont encadré durant tout mon cursus universitaire.

Les personnes que j'apprécie étant nombreuses, je leur suis très reconnaissant pour toutes les discussions professionnelles ou personnelles et tous les moments qu'on a partagé ensemble, qu'elles trouvent ici l'expression de mon indéfectible amitié.

Mustapha

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

A mes parents et pour leurs amour, sacrifices et soutiens tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrai jamais assez.

A mes sœurs et à mon frère, que j'aime tant et qui ont toujours été là pour me soutenir moralement et émotionnellement.

A la mémoire de mes grands-pères et mes grands-mères que Dieu les accueille dans son vaste paradis.

A mes professeurs, Pour leur orientation et leurs conseils durant ma formation, aussi les enseignants qui m'ont encadré durant tout mon cursus universitaire.

Les personnes que j'apprécie étant nombreuses, je leur suis très reconnaissant pour toutes les discussions professionnelles ou personnelles et tous les moments qu'on a partagé ensemble, qu'elles trouvent ici l'expression de mon indéfectible amitié.

Mohamed

SOMMAIRE

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction

Étude Bibliographique

I. Généralités sur les lipides.....	2
I.1. Définition	2
I.2. Origine.....	2
I.3. Structure générale.....	2
I.4. Classification des lipides	4
I.4.1. Selon leur origine	4
I.4.2. Selon leur consistance à température ambiante.....	4
I.4.3. Selon leur rôle physiologique.....	5
I.4.4. Selon la propriété de saponification	5
I.4.5. Selon l'analyse élémentaire.....	6
I.5. Compositions des lipides.....	6
II. Propriétés physico-chimiques	12
II.1. Propriétés physiques.....	12
II.2. Propriétés chimiques.....	13
II.2.1. Propriétés liées au groupement carboxylique	13
II.2.2. Propriétés liées à la chaîne hydrocarbonée	15
III. Rôle des corps gras	16
III.1. Rôle nutritionnel	16
III.2. Rôle biologique.....	16
III.3. Rôle organoleptique	17
III.4. Rôle technologique	17

IV. Altération des lipides	17
IV.1. Altération biologique	17
IV.2. Altération chimique	17
IV.2.1. Hydrolyse (acidification).....	17
IV.2.2. Altération oxydative (rancissement).....	18
IV.3. Aspect cinétique de l'oxydation des lipides	23
IV.3.1. Phase de latence.....	23
IV.3.2. Formation des produits primaires	24
IV.3.3. Formation des produits secondaires	24
V. Huile de soja.....	25
V.1. Généralités sur les huiles végétales	25
V.2. Définition du soja	26
V.3. Origine et description	26
V.4. Utilisation de la graine de soja.....	27
V.5. Compositions de la graine de soja	27
V.6. Traitement des graines de soja.....	28
VI. Raffinage de l'huile brute de soja.....	30
VI.1. Définition du raffinage	30
VI.2. Les étapes du raffinage de l'huile de soja	30
VI.2.1. Démucilagination	30
VI.2.2. Neutralisation	30
VI.2.3. Lavage et séchage.....	31
VI.2.4. Décoloration	31
VI.2.5. Désodorisation.....	31
VII. huile de soja raffinée	33
VII.1. Composition	33
VII.2. Caractéristiques physico-chimique	33
VII.3. Consommation et bilan alimentaire des huiles en Algérie.....	34

VII.4. Intérêt nutritionnel de l'huile de soja	34
VII.5. Publications scientifiques sur les effets d'huile de soja sur la santé	34
Étude expérimentale	
I. Matériel et méthodes	37
I.1. Objectif de l'étude	37
I.2. Conduite expérimentale.....	37
I.2.1. Choix de l'huile	37
I.2.2. Choix de la friteuse.....	38
I.2.3. Procédure de chauffage	39
I.2.4. Echantillonnage.....	39
I.3. Méthodes d'analyses	41
I.3.1. Indices physiques	41
I.3.2. Analyses chimiques	46
II. Résultats et discussion.....	50
II.1. Paramètres organoleptiques	50
II.2. Evolution des indices chimiques.....	50
II.2.1. Acidité.....	50
II.2.2. Indice de peroxyde	52
II.2.3. Indice d'iode	54
II.3. Evolution des indices physiques	55
II.3.1. Densité	55
II.3.2. Viscosité.....	57
II.3.3. Extinction spécifique à 232nm et 270 nm	59
II.3.4. Humidité.....	61
Conclusion.....	63
Références bibliographiques	
Annexes	
Résumé	

Liste des abréviations

A% : Acidité.

AFNOR : Association française de normalisation.

AG : Acide gras.

AGE : Acide gras essentiel.

AGI : Acide gras insaturé.

AGL : Acide gras libre.

AGMI : Acide gras mono insaturé.

AGPI : Acide gras polyinsaturé.

AGS : Acide gras saturé.

AGT : Acides gras totaux.

ARN : Acide ribonucléique.

CD : Diènes conjugués.

CG : Corps gras.

CPT : Composes Polaires Totaux.

CT : Triènes conjugués.

DG : Dyacylglicérols.

Ii : Indice d'iode.

IP : Indice de peroxyde.

TAG : Triacylglycérides.

Liste des figures

N°	Titre	page
Figure 1	Structure générale d'un lipide.	3
Figure 2	Structure générale d'un lipide	4
Figure 3	Classement des lipides selon l'analyse élémentaire	6
Figure 4	Formule générale d'un acide gras saturé	7
Figure 5	Formule générale des acides gras mono-insaturé et polyinsaturé	8
Figure 6	Acide gras en configuration trans et cis	9
Figure 7	Réaction de la saponification des lipides	14
Figure 8	Réaction d'estérification.	14
Figure 9	Réaction de la formation des AGL par hydrolyse enzymatique (lipase)	15
Figure 10	Réaction de fixation d'hydrogène des lipides (hydrogénation)	15
Figure 11	Reaction d'halogénéation d'une double liaison d'un lipide.	16
Figure 12	Formation des diènes conjugués.	19
Figure 13	Scission des radicaux alkoxyles.	20
Figure 14	Trois étapes de l'oxydation radicalaire par la lipoxigénase	22
Figure 15	Oxydation de l'atome de fer de la lipoxigénase au cours de la réaction catalitique	23
Figure 16	Représentation schématique de l'évolution cinétique des marqueurs de l'oxydation des lipides	24
Figure 17	Représentation graphique de la composition en acides gras de quelques huiles végétales.	25
Figure 18	Plante de soja ou soya.	26
Figure 19	Graines de soja avant et après séchage	27
Figure 20	Procédés d'extraction de l'huile brute de soja	29
Figure 21	Diagramme générale de raffinage des huiles.	32
Figure 22	Huile utilisée dans notre étude.	37
Figure 23	Friteuse électrique marque «TRISTAR» model NO.:2820-6935 230V, 50/60Hz 2000W	38
Figure 24	Mesurage de la température de l'huile souhaité (180°) avec un thermomètre	39
Figure 25	Flacons étiquetés contenant les échantillons de l'huile refroidie	40
Figure 26	Flacons contenant les échantillons d'huile, recouverts avec du papier aluminium	40
Figure 27	Etuve utilisée pour le chauffage des échantillons réglé à la température de 103±2°C.	42
Figure 28	Echantillons a l'intérieure de l'étuve a température de 103±2°C	42
Figure 29	Dessiccateur utilisé pour le refroidissement des échantillons.	42
Figure 30	Balance de précision utilisée dans l'analyse de la densité.	43
Figure 31	Viscosimètre utilisé dans l'analyse de viscosité.	44
Figure 32	Cuve utilisé durant notre analyse (Cuve en quartz de 1cm d'épaisseur)	45
Figure 33	Spectrophotomètre utilisé pour l'analyse de l'extinction spécifique à 232 nm et 270 nm (Spectrophotomètre UV/VIS 9 200 avec possibilité de lecture pour chaque unité nanométrique)	45
Figure 34	Couleur rose persistante qui apparait après le titrage avec l'hydroxyde de potassium.	46

Figure 35	Apparition de la couleur bleu noirâtre après l'ajout de l'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon à 1%.	47
Figure 36	Décoloration complète après le Titrage de l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.	48
Figure 37	Apparition de la coloration jaune après le titrage avec la solution de thiosulfate de sodium.	49
Figure 38	Apparition de la coloration bleue foncée après l'ajout de la solution d'amidon à 1%.	49
Figure 39	Disparition de la coloration bleue après le titrage avec la solution du thiosulfate de sodium.	49
Figure 40	Disparition de la coloration bleue après le titrage avec la solution du thiosulfate de sodium.	51
Figure 41	Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile « Elio » au cours du chauffage.	53
Figure 42	Évolution de la densité de l'huile en fonction du temps de chauffage	56
Figure 43	Évolution de la viscosité en fonction du temps de chauffage	58
Figure 44	Evolution de l'extinction spécifique à 232nm et 270 nm.	60
Figure 45	Évolution de l'humidité de l'huile en fonction du temps de chauffage	62

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
Tableau I	Classement des lipides selon leur origine	4
Tableau II	classement des lipides selon leurs consistances à température ambiante	4
Tableau III	Classement des lipides selon leur rôle physiologique.	5
Tableau IV	Classement des lipides selon leur propriété de saponification.	5
Tableau V	Acides gras saturés alimentaires les plus courants.	8
Tableau VI	Sélection d'acides gras mono-insaturés cis, courants dans les graisses et les huiles.	10
Tableau VII	AGPI n-6 importants en nutrition	11
Tableau VIII	AGPI n-3 importants en nutrition	12
Tableau IX	Composition des graines de soja	27
Tableau X	Composition chimique en acide gras de l'huile de soja	33
Tableau XI	Caractéristiques physico-chimique de l'huile de soja	33
Tableau XII	Les caractéristiques portées sur Les étiquettes d'emballage de cette huile « Elio »	38
Tableau XIII	Le temps de prélèvement pour chaque échantillon	40
Tableau XIV	Résultats de l'analyse sensoriel des échantillons d'huile.	50
Tableau XV	Evolution de l'indice d'iode au cours de chauffage.	55

Introduction

Introduction

L'évolution de la consommation alimentaire est le reflet des transformations de notre société (*MALASSIS, 1988*). Cette transformation est reliée à des facteurs technologiques, sociologiques, économiques, culturels et politiques qui ont façonné l'évolution de notre société au cours de ces dernières décennies.

La modernisation de la production alimentaire en Algérie, accompagnée par une politique industrielle peu soucieuse de considérations nutritionnelles, a déstabilisé le régime alimentaire des algériens, les sucres et les graisses ayant pris la place des apports en protéines végétales et entraîné le développement des maladies cardiovasculaires et du diabète, sans que soient pour autant résolus tous les problèmes de sous-alimentation. (*HENRICHS, 2009*).

La modification de modes de vie, L'immigration rurale, l'expansion des villes, l'émancipation progressive de la femme et son entrée significative sur le marché du travail, l'émergence du célibat, ont engendré des changements dans les comportements alimentaires et les pratiques des consommateurs comme la consommation excessive des produits frits dans les domiciles et dans les restaurant et fastfood en dépit des plats traditionnelles préparé à base de céréale et légume (couscous...etc.)

Il a été établi que lors du processus de friture, notamment dans des fastfoods, les huiles sont soumises à des températures très élevées (supérieure à 180°C), en présence de l'oxygène atmosphérique et d'eau contenue dans la pomme de terre. C'est ainsi que des réactions très complexes se produisent, on en cite : l'oxydation thermique, la polymérisation et l'hydrolyse (*CLARK, 1991 ; TYAGI ET VASISHTHA, 1996*). Les produits de décomposition résultants altèrent la saveur et la couleur de l'huile et peuvent même être nocifs pour la santé (*INNAWONG et al, 2004*).

Pour cela, notre travail va porter sur l'étude de l'effet du traitement thermo-oxydatif sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile végétale «Elio» à base de Soja 100%.

Étude Bibliographique

I. Généralités sur les lipides

I.1. Définition

Les lipides constituent un groupe de composés dans la nature chimique extrêmement variée. Néanmoins, ils ont en commun la propriété d'être solubles dans les solvants dits organiques : benzène, éther, chloroforme, mélanges de chloroforme et de méthanol, etc. Les corps gras (CG) sont donc insolubles dans l'eau, et c'est cette propriété fondamentale qui est la source même des phénomènes particuliers qui accompagnent leur digestion, leur absorption, leur transport dans le sang et leur métabolisme au niveau cellulaire. C'est également cette propriété qui détermine les procédés particuliers d'extraction, de purification et de transformation devant être utilisés en technologie alimentaire (BRISSE, 1982).

Traditionnellement, les lipides étaient définis comme les substances solubles dans les solvants organiques. Toutefois, au fil du temps, on a jugé que cette définition n'était plus adéquate ou exacte, et une nouvelle définition ainsi qu'un système complet de classification des lipides ont été proposés en 2005 (FAHY *et al.*, 2005). Selon la nouvelle définition donnée par la FAO (2014), qui repose sur la nature chimique, les lipides sont les petites molécules hydrophobes ou amphipathiques (ou amphiphiles) partiellement ou entièrement issues de condensations de thioesters et/ou unités isoprène.

I.2. Origine

Les corps gras sont soit d'origine animale ou végétale. On distingue les huiles végétales fluides (olive, tournesol, soja), les huiles végétales semi solides ou concrètes (cocoa, huile de palme), les huiles d'origine animale (tissus adipeux et les huiles de poisson) ainsi que les corps gras élaborés (beurres et margarines) (COUET, 1998).

I.3. Structure générale

Les lipides sont constitués de chaînes hydrocarbonées apolaires (synthétisées à partir d'acétyl-CoA). Ces chaînes hydrocarbonées sont constituées de carbone C et d'hydrogène H. Les groupes chimiques qu'on retrouve dans les lipides sont : le méthylène $-CH_2-$, le méthyle $-CH_3-$ et le groupe $-CH=CH-$ (Figure 1).

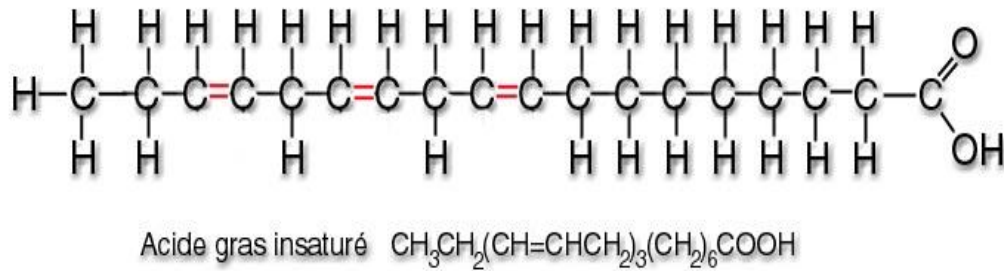
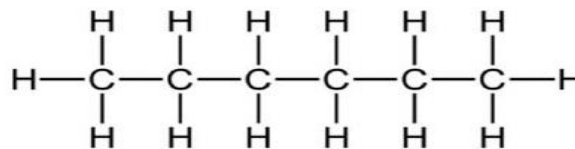


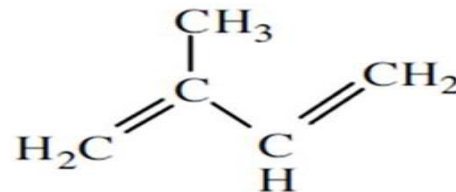
Figure 1 : Structure générale d'un lipide.

Ces groupes peuvent s'organiser en :

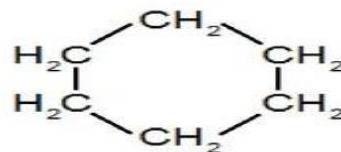
-chaîne linéaire



-chaîne isoprénique



-chaîne cyclique



De plus, certains lipides ont d'autres fonctions polaires (COOH , OH , NH_2 , 3HPO_4) en plus des chaînes hydrocarbonées apolaires.

Selon la *FAO (2014)*, les lipides sont des petites molécules hydrophobes ou amphipathiques (ou amphiphiles). Les amphiphiles sont des molécules qui possèdent une partie polaire/hydrophile (constituée par la tête polaire), et une partie non-polaire / hydrophobe (constituée par la (les) chaîne(s) alkyles) (*DRUMMOND et al., 2008*) (figure 2)

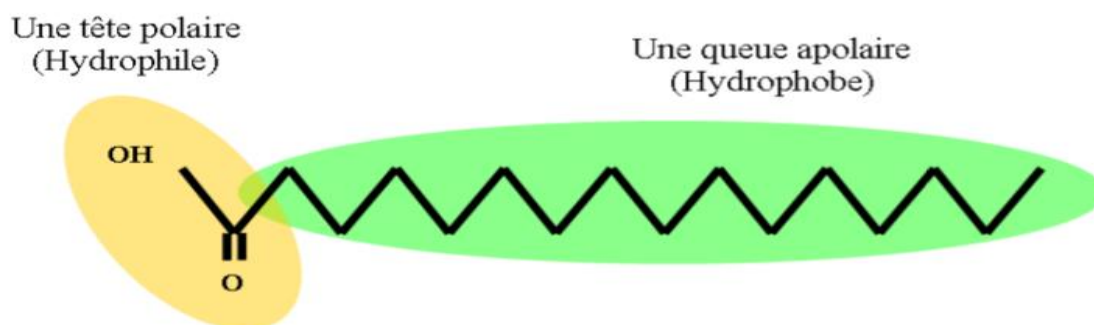


Figure 2 : Structure générale d'un lipide.

I.4. Classification des lipides

I.4.1. Selon leur origine

Selon l'origine, les lipides sont divisés en trois groupes principaux à savoir, une origine animale, végétale ou mixte comme représenté dans le (tableau I).

Tableau I : Classification des lipides selon leur origine (FREDOT, 2005).

origine :		
Animale	Végétale	mixte
-Beurre, -Suifs, -Saindoux, -Shortening (graisses raffinées hydrogénées), -Huiles des animaux marins.	Huile pour assaisonnement, - Huile pour assaisonnement et friture, -Margarine végétales, - Végétalien (huile de coprah hydrogéné).	Margarine standard à base d'huile végétale et graisse de poisson.

I.4.2. Selon leur consistance à température ambiante

Les lipides sont ainsi répartis en deux catégories principales selon leur consistance à une température ambiante (Tableau II)

Tableau II: Classement des lipides selon leurs consistances à température ambiante (FREDOT, 2005)

Etat fluide	Etat Concret ou solide
Etat fluide -huile d'arachide, -huile de colza, -huile de soja, -huile de carthame, -huile de tournesol, -huile de germe de maïs.	-Huile de palme, -Huile de coprah, -Margarine végétale, -Beurre, -Saindoux, -Suif

I.4.3. Selon leur rôle physiologique

Les lipides sont connus par leurs rôles variés, ce qui a mené à leur classification en trois classes importantes selon leur fonction physiologique. On distingue des lipides de structures, des lipides de réserves, ainsi que des lipides ayant une activité biologique qui sont illustré dans le *Tableau (III)* par quelques exemples.

Tableau III : Classement des lipides selon leur rôle physiologique (*MASSON, 2002*).

Lipides de structure	Lipides de réserve	Lipides ayant une activité biologique
Lipides de structure - Phospholipides, -Cholestérol.	Triglycérides	-Hormone stéroïdiennes, - Vitamines liposolubles

I.4.4. Selon la propriété de saponification

La classification des lipides selon la propriété de saponification est représentée par deux groupes principaux (*Tableau IV*)

Tableau IV: Classement des lipides selon leur propriété de saponification (*JEANTET et al., 2006*).

Lipides saponifiables	Lipides non saponifiables
Acylglycérols, -Phospholipides - Cires, - Stérides, - Cutine ...	Hydrocarbures - Pigments, - Stérols, - Vitamines liposolubles.

I.4.5 Selon l'analyse élémentaire

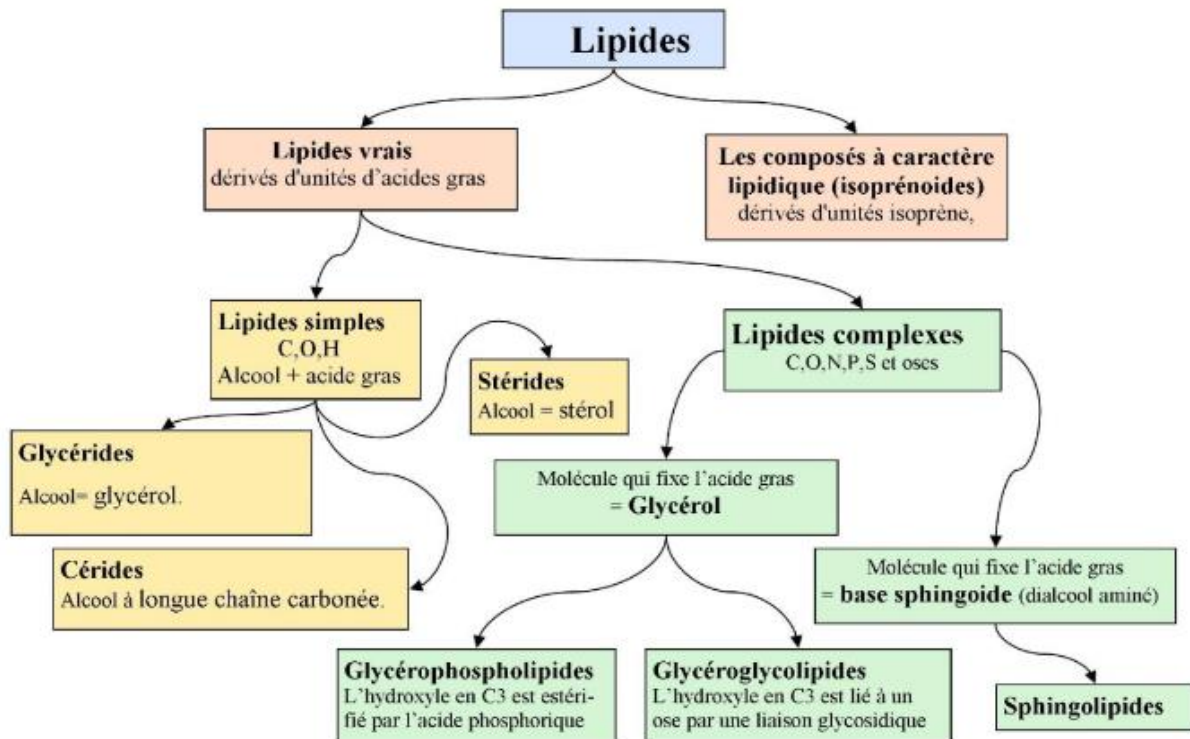


Figure 3: Classification des lipides selon l'analyse élémentaire (FRENOT *et al.*, 2001).

I.5. Compositions des lipides

Les graisses alimentaires englobent tous les lipides des tissus animaux et végétaux que nous consommons pour nous nourrir. Les graisses (solides) ou les huiles (liquides) les plus courantes sont des glycérolipides, essentiellement composés de triacylglycérols (TG). Les TG sont accompagnées de faibles quantités de phospholipide (PL), monoacylglycérol (MG) diacylglycérol (DG), de stérols et d'esters de stérol.

Selon la FAO (2000), les acides gras constituent les principaux composants de ces espèces lipidiques et sont nécessaires dans la nutrition humaine en tant que sources d'énergie ainsi que pour certaines fonctions métaboliques et structurales. Les acides gras alimentaires les plus courants ont été subdivisés en trois grandes classes en fonction de leur degré d'insaturation.

I.5.1. Acides gras saturés

La formule générale des AGS est R-COOH.



Figure 4: Formule générale d'un acide gras saturé.

Ils sont ensuite rangés dans quatre sous classes en fonction de la longueur de leur chaîne: courte, moyenne, longue et très longue.

- Acides gras à chaîne courte : acides gras composés de trois à sept atomes de carbone.
- Acides gras à chaîne moyenne : acides gras composés de huit à treize atomes de carbone.
- Acides gras à longue chaîne : acides gras composés de quatorze à vingt atomes de carbone.
- Acides gras à très longue chaîne : acides gras composés de plus de vingt atomes de carbone.

(ARNE *et al.*, 2014)

Les acides gras saturés alimentaires les plus courants sont représenté dans le *Tableau V*.

Tableau VI: Acides gras saturés alimentaires les plus courants (ARNE et al., 2014).

Nom usuel	Nom systématique	Abréviation	Source typique
Butyrique	Butanoïque	C4 :0	Graisses laitière
Caproïque	Hexanoïque	C6 :0	Graisses laitière,
Caprylique	Octanoïque	C8 :0	Graisses laitière, huile de coco, huile de palme
Caprique	Décanoïque	C10 :0	Graisses laitière, huile de coco, huile de palme
Laurique	Dodécanoïque	C12 :0	Huile de coco, huile de palmiste
Myristique	Tétradécanoïque	C14 :0	Graisses laitière, huile de coco, huile palmiste
Palmitique	Hexadécaoïque	C16 :0	Majorités des graisses et huiles
Stéarique	Octadécanoïque	C18 :0	Majorités des graisses et huiles
Arachidique	Eicosanoïque	C20 :0	Huile d'arachide
Béhénique	Docosanoïque	C22 :0	Huile d'arachide
Lignocérique	Tétracosanoïque	C24 :0	Huile d'arachide

I.5.2. Acides gras insaturés

Un acide gras insaturé est un acide gras qui comporte une double liaison (mono-insaturés) les plus courants sont représenté dans le *Tableau VII*, ou plusieurs doubles liaisons carbone=carbone (polyinsaturés) les plus courants sont représenté dans le *Tableau VIII* ; *Tableau IXI*

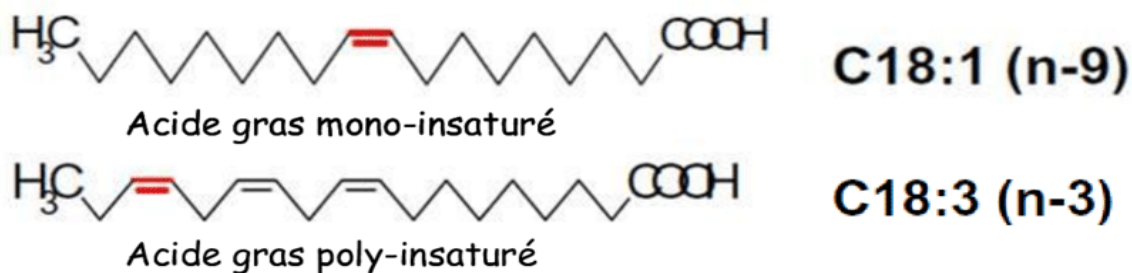


Figure 5 : Formule générale des acides gras mono-insaturé et polyinsaturé.

Cette double liaison peut revêtir deux configurations :

Une configuration dite *trans* qui signifie que les atomes de carbone adjacents à la double liaison sont situés de part et d'autre de cette dernière. Dans une telle configuration, la chaîne hydrocarbonée prend une configuration rectiligne très semblable à celle de l'acide gras saturé correspondant. Une telle configuration peut apparaître suite à une hydrogénation partielle, par exemple en agroalimentaire (fabrication de margarine par hydrogénation d'huile pour les solidifier et réduire le rancissement).

Une configuration *cis* qui signifie que les atomes de carbone adjacents à la double liaison sont situés du même côté de cette dernière. La conséquence directe de cette configuration est la création d'une courbure de la chaîne hydrocarbonée de l'acide gras (FRANÇOIS, 2014).

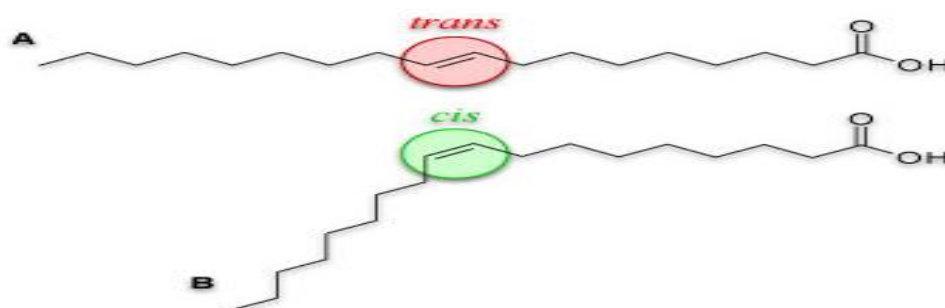


Figure 6: Acide gras en configuration *trans* et *cis*.

Les acides gras insaturés sont également rangés dans trois sous-classes supplémentaires en fonction de la longueur de leur chaîne : Acides gras insaturés à chaîne courte: acides gras comportant jusqu'à dix-neuf (19) atomes de carbone ;Acides gras insaturés à longue chaîne: acides gras composés de vingt (20) à vingt-quatre (24) atomes de carbone ;Acides gras insaturés à très longue chaîne: acides gras composés d'au moins vingt-cinq (25) atomes de carbone.

Tableau X: Sélection d'acides gras mono-insaturés cis, courants dans les graisses et les huiles (ARNE *et al.*, 2014).

Nom usuel	Nom systématique	Abréviation delta	Sources typiques
Palmitoléique	cis-9-hexadécénoïque	16:1 Δ 9c (9c-16:1)	Huile de poisson, huile de macadamia, majorité des huiles animales et végétales
Oléique	cis-9-octadécénoïque	18:1 Δ 9c (9c-18:1) (OA)	Ensembles des graines et des huiles, surtout huile d'olive, de canola et huile de carthame et de tournesol riche en acide oléique
cis-vaccénique	cis-11-octadécénoïque	18:1 Δ 11c (11c-18:1)	Majorité des huiles végétales
Gadoléique	cis-9-eicosénoïque	20:1 Δ 9c (9c-20:1)	Huile de poisson
Eucique	cis-13-docosénoïque	22:1 Δ 13c (13c-22:1)	Huile de graines de moutarde, huile de colza riche en acide érucique
Nervonique	cis-15-tétracosénoïque	24:1 Δ 15c (15c-24:1)	Huile de poisson

Tableau XI: AGPI n-6 importants en nutrition (ARNE et al., 2014).

Nom usuel	Nom systématique	Abréviation (n moins)	Source typique
Acide linoléique	Acide cis-9,cis-12-octadécadiénoïque	18:2n-6 (LA)	Majorité des huiles végétales
Acide γ-linoléique	Acide cis-6,cis-9,cis-12-octadécatriénoïque	18:3n-6 (GLA)	Huiles d'onagre, de bourrache et de pépins de cassis
Acide dihomo-γlinoléique	Acide cis-8,cis-11,cis-14-eicosatriénoïque	20:3n-6 (DGLA)	Très faibles quantités dans les tissus animaux
Acide arachidonique	Acide cis-5,cis-8,cis-11,cis-14-eicosatétraénoïque	20:4n-6 (ARA)	Graisses animales, foie, lipides des œufs, poisson
Acide docosapentaénoïque	Acide cis-7,cis-10,cis-13,cis-16-docosatétraénoïque	22:4n-6	Très faibles quantités dans les tissus animaux
Acide docosapentaénoïque	Acide cis-4,cis-7,cis-10,cis-13,cis-16-docosapentaénoïque	22:5n-6	Très faibles quantités dans les tissus animaux

Tableau XII: AGPI n-3 importants en nutrition (ARNE et al., 2014).

Nom usuel	Nom systématique	Abréviation «n moins»	Sources typiques
Acide alphalinoléinique	Acide cis-9,cis-12,cis-15- octadécatriénoïque	18:3n-3 (ALA)	Huiles de lin, de pérule, de canola et de soja
Acide stéaridonique	Acide cis-6,cis-9,cis-12,cis-15- octadécatétraénoïque	18:4n-3 (SDA)	Huiles de poisson, huile de soja génétiquement enrichie, huiles de pépins de cassis et de chanvre
Acide eicosapentaénoïque)	Acide cis-5, cis-8,cis-11,cis-14,cis17- eicosapentaénoïque	20:5n-3 (EPA)	Poisson, notamment poissons gras (saumon, hareng, anchois, éperlan et maquereau
Acide docosapentaénoïque	Acide cis-7, cis-10,cis-13,cis-16,cis19- docosapentaénoïque	22:5n-3 (DPA n-3)	Poisson, notamment poissons gras (saumon, hareng, anchois, éperlan et maquereau)
Acide docosahexaénoïque	Acide cis-4,cis-7,cis-10,cis-13,cis-16- docosahexaénoïque	22:6n-3 (DHA)	Poisson, notamment poissons gras (saumon, hareng, anchois, éperlan et maquereau)

II. Propriétés physico-chimiques

II.1. Propriétés physiques

II.1.1. État naturel

Les corps gras sont liquides ou solides à la température ambiante suivant leur composition chimique (FRENOT, 2001)

II.1.2. Solubilité

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau, et sont généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et le benzène (FRENOT et al., 2001).

II.1.3. Densité

La densité des AG est faible, l'huile flotte sur l'eau. La détermination de la densité d'une huile nous renseigne sur sa pureté. Elle est fonction de la composition chimique des huiles et de la température (*KARLESKIND, 1992*).

La solubilité des acides gras varie selon deux paramètres, la longueur de la chaîne carbonée et la présence ou non d'une ou plusieurs insaturations. (*TOUITOU, 2006*)

II.1.4 Viscosité

La viscosité des acides gras et des triglycérides est liée à leurs structures, à la longueur de la chaîne et à leur saturation. Elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation de l'insaturation. La viscosité des huiles est relativement très élevée (*BENSEGHIER. K et al., 2014*)

II.1.5. Point de fusion

C'est la température à partir de laquelle un corps gras se liquéfie. Ils permettent d'apprécier le degré de pureté d'un corps gras (*MFRENOT, 2001*).

Le point de fusion ou l'état physique des acides gras dépend de deux critères : la longueur de la chaîne et le taux d'insaturation. Le point de fusion augmente avec l'augmentation de la longueur de la chaîne et diminue avec l'augmentation du nombre de doubles liaisons (*BERRADA, 2009*)

II.1.6. Point de fumée

C'est la température à laquelle un corps gras commence à se décomposer en noircissant et en dégageant une fumée âcre. Le point de fumée correspond à la température critique qui ne doit jamais être dépassée.

II.2. Propriétés chimiques

II.2.1. Propriétés liées au groupement carboxylique

II.2.1.1. Saponification

Selon *MASSON (2002)* la saponification ou la formation des sels (savon) est une réaction de neutralisation des AG par des bases (KOH et NaOH). L'indice de saponification est inversement proportionnel à longueur des AG.

L'indice de saponification indique la teneur en acides gras (estérifiés et libres) de l'huile. Une valeur élevée peut orienter cette huile vers la fabrication du savon. L'action d'une base sur un acide gras conduit à la formation d'un sel ou savon (*figure 7*)

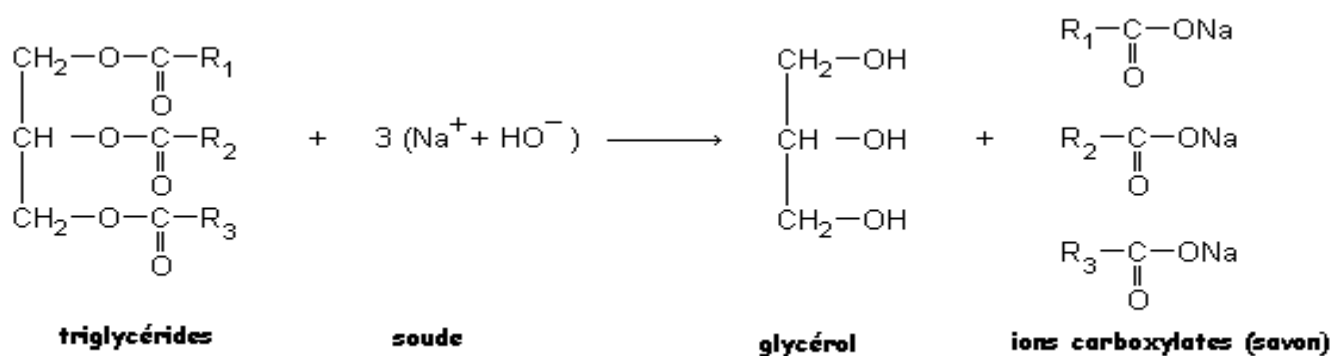


Figure 7: Réaction de la saponification des lipides.

II.2.1.2. Formation d'esters

L'estérification est une réaction chimique durant laquelle un groupe alcool (-OH) est condensé à un groupe acide carboxylique (-COOH) avec élimination d'une molécule d'eau (H₂O), ce qui forme une liaison ester (-COOC-) (figure 8).

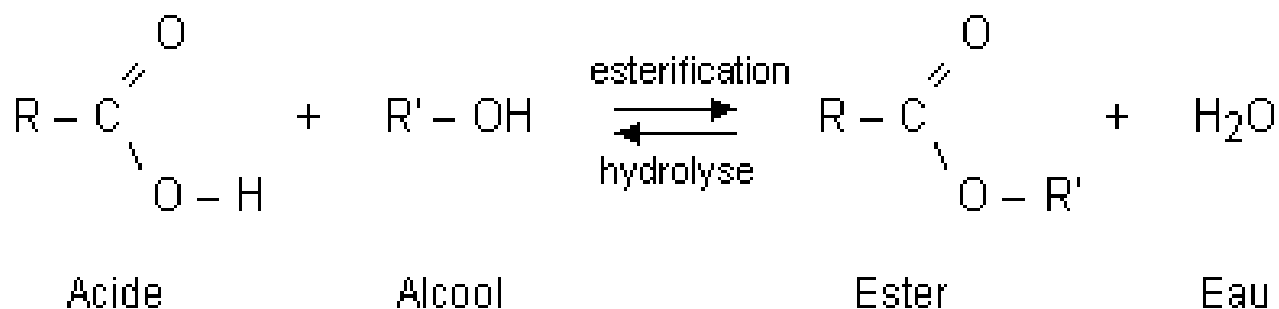


Figure 8: Réaction d'estérification.

II.2.1.3. Formation d'acides gras libres

Les AGL sont issus de l'hydrolyse des triacylglycérols (ALAIS *et al.*, 2003). (Figure 9)

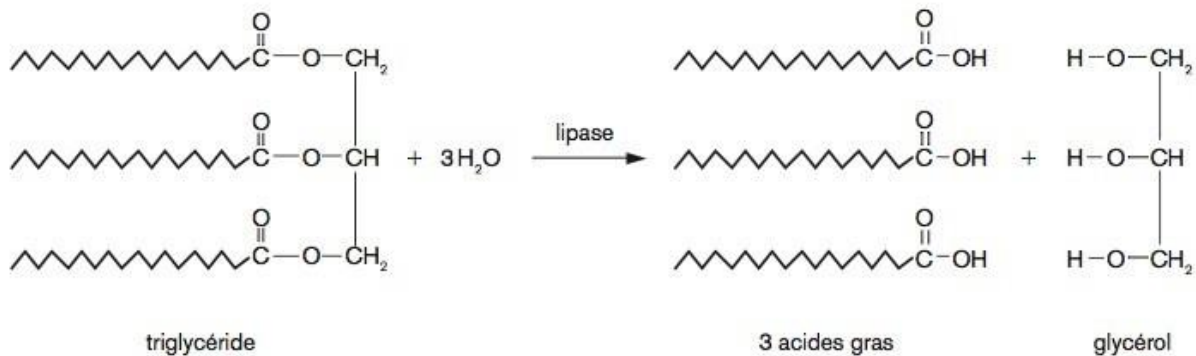


Figure 9: Réaction de la formation des AGL par hydrolyse enzymatique (lipase).

II.2.2. Propriétés liées à la chaîne hydrocarbonée

II.2.2.1. Fixation d'hydrogène

C'est une modification principale effectuée sur les huiles. Au cours de cette opération l'hydrogène s'additionne aux doubles liaisons des acides gras insaturés. C'est un procédé visant à rendre les huiles semi solides ce qui augmente le point de fusion ainsi que la résistance à l'oxydation. En plus de la saturation des doubles liaisons, cette réaction peut provoquer une isomérisation (PRIOR, 2003).

Cette opération est utilisée pour obtenir les margarines à partir des huiles végétales. (Figure 10).

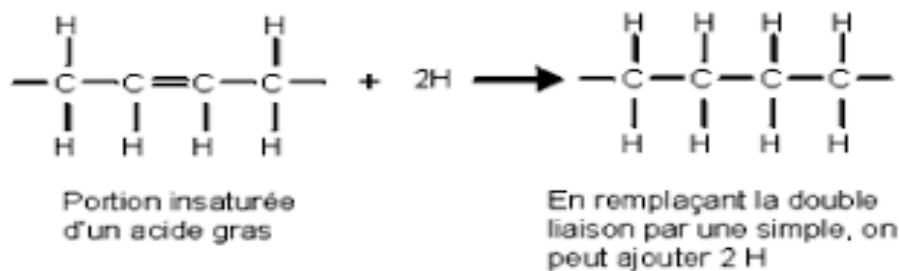


Figure 10: Réaction de fixation d'hydrogène des lipides (hydrogénation).

II.2.2.2. Fixation d'halogène

Les halogènes tels que l'iode, le brome et le chlore se fixent bien sur les doubles liaisons (l'iode se fixe lentement tandis que les autres se fixent rapidement sur les doubles liaisons) (*FRENOT et al., 2001*) (*figure 11*).

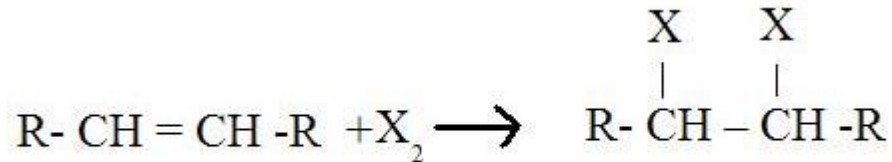


Figure 11: Réaction d'halogénéation d'une double liaison d'un lipide.

III. Rôle des corps gras**III.1. Rôle nutritionnel**

Les graisses ralentissent la vidange gastrique et la motilité intestinale, prolongeant ainsi la satiété, ils apportent des acides gras essentiels (AGE) et facilitent l'absorption des vitamines liposolubles (*ELMADFA et al., 2009*)

La consultation d'experts convient que des preuves convaincantes mettent en évidence que le bilan énergétique et les modes d'alimentation sont des éléments cruciaux pour maintenir un poids corporel sain et assurer des apports nutritionnels optimaux, quelle que soit la distribution des macronutriments exprimée en pourcentage de l'énergie (*ELMADFA et al., 2009*). Les graisses ont un apport énergétique élevé (37.7 Kj/g soit 9Kcal); (*JEANTET et al., 2006*)

III.2. Rôle biologique

Les corps gras ont un rôle biologique primordial : ils sont des constituants des membranes cellulaires, réserves d'énergie importante pour l'organisme. Aussi des Précurseurs des stérols, des vitamines liposolubles et des prostaglandines (*TOUITOU, 2005*).

III.3. Rôle organoleptique

Les composants lipidiques déterminent en grande partie la texture, la saveur et les arômes des aliments donc ils améliorent leur goût et leurs acceptabilités.

Les corps gras sont des agents de texture dans la préparation des pâtes brisées, feuilletées, sablées ou dans la garniture des préparations culinaire. Ils sont aussi considérés comme d'importants agents de sapidité, support d'arômes ou précurseurs des molécules aromatiques (VIERLING, 2003).

III.4. Rôle technologique

Les lipides sont d'excellent milieu de conservation contre les bactéries aérobies, ils sont des fluides caloporteurs ou vecteurs de chaleur dans la cuisson des aliments (friture), aussi considérés comme agents émulsifiant (DIEFFNBACHER et al., 2000).

IV. Altération des lipides

L'hydrolyse et l'oxydation sont les principales voies d'altération des lipides au cours de la production, du stockage et de la transformation des fruits ou graines oléagineuses (JUDDE, 2004).

IV.1. Altération biologique

Des micro-organismes sont généralement introduits par l'atmosphère ambiante, par l'appareillage de traitement non stérilisé, par les emballages, par le contact humain et par les insectes. L'action de ces micro-organismes a pratiquement pour résultat la formation d'enzymes génératrices d'acides gras, de produits d'oxydation, d'aldéhydes et de cétones ; ce qui se traduit par des modifications d'apparence, de texture, de saveur et aussi par l'apparition de produits toxiques (FRANÇOIS, 1974).

IV.2. Altération chimique

Les facteurs d'altération chimique sont induits par deux phénomènes :

IV.2.1. Hydrolyse (acidification)

Les lipides sont susceptibles de s'hydrolyser en glycérols et en acides gras libres en présence de lipases (soit endogènes ou exogènes) (ALAIS et al., 1997).

Il existe deux types d'hydrolyse:

-Hydrolyse enzymatique : Cette réaction se déroule seulement dans les huiles brutes ; au cours du stockage et du transport de la matière première. Les enzymes responsables de cette hydrolyse sont les lipases. (ALAIS et al., 1997).

-Hydrolyse spontanée : Elle a lieu au cours du stockage et du traitement thermique des huiles, elle est favorisée par la présence des acides gras libres et le taux d'humidité. Cette hydrolyse s'accompagne par une oxydation, car les acides gras libres s'oxydent 10 fois plus vite que les triglycérides (*TREMOLIERES, 1980*)

IV.2.2. Altération oxydative (rancissement)

L'oxydation représente les principales altérations des matières grasses insaturées, aboutissant à leur rancissement oxydatif. Selon les mécanismes réactionnels mis en œuvre, L'oxydation est subdivisée en auto-oxydation, photo-oxydation et oxydation enzymatique. Les produits de la réaction de l'oxydation sont quasiment les mêmes et indépendants du mécanisme (*RAHMANI, 2007*).

Selon *HSIEH et al., (1989)* plusieurs facteurs peuvent influencer l'oxydation des lipides. Ils peuvent être classés en :

-Facteurs intrinsèques : composition en acides gras des lipides, présence d'espèces pro-oxydantes (ions métalliques, enzymes) ou d'antioxydants naturels (tocophérols).

-Facteurs extrinsèques : température, lumière, pression partielle en oxygène, présence de pro-oxydants exogènes.

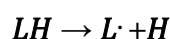
L'oxydation des lipides, ou rancissement oxydatif des acides gras, est classiquement décomposée en trois étapes principales, initiation, propagation et terminaison, généralement décrites comme étant successives.

L'oxydation lipidique peut être, selon le milieu et les initiateurs mis en jeu, le résultat de plusieurs voies réactionnelles:

IV.2.2.1. Auto-oxydation

IV.2.2.1.1. Initiation

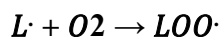
L'initiation ou l'amorçage de l'oxydation correspond à la formation de radicaux lipidiques libres par rupture homolytique d'un atome d'hydrogène adjacent à une double liaison allylique ou bis-allylique. L'initiation peut s'effectuer par action directe sur l'acide gras insaturé. Dans ce cas, le lipide LH perd un atome d'hydrogène pour former un radical libre ($L\cdot$) Cette réaction se fait en présence d'un initiateur de l'oxydation. (*DRIDI, 2016*)



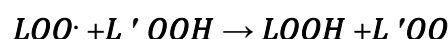
IV.2.2.1.2. Propagation

Le radical alkyle ($L\cdot$) formé pendant l'amorçage primaire fixe très rapidement l'oxygène moléculaire à l'état normal (triplet) et forme un radical libre peroxyde instable

(MIN, 1998). En effet, l'oxygène triplet ne se fixe pas directement sur un composé lipidique natif, mais sur un composé radicalaire (FRANKEL, 2012).



Le radical peroxyde ($L\cdot$) Peut arracher un hydrogène d'un acide gras insaturé ($L' H$) et générer un hydro-peroxyde ($LOOH$) et un nouveau radical alkyle (L'). Le nouveau radical (L') réagit avec l'oxygène et la séquence de réactions déjà décrite se reproduit (DRIDI, 2016).



Dans le cas des AGPI, la réaction est accompagnée d'un réarrangement électronique des doubles liaisons qui passent de la position non conjuguée à la position conjuguée ce qui produit les hydro-peroxydes isomères contenant des liaisons diéniques et triéniques conjuguées (figure 12) (DRIDI, 2016).

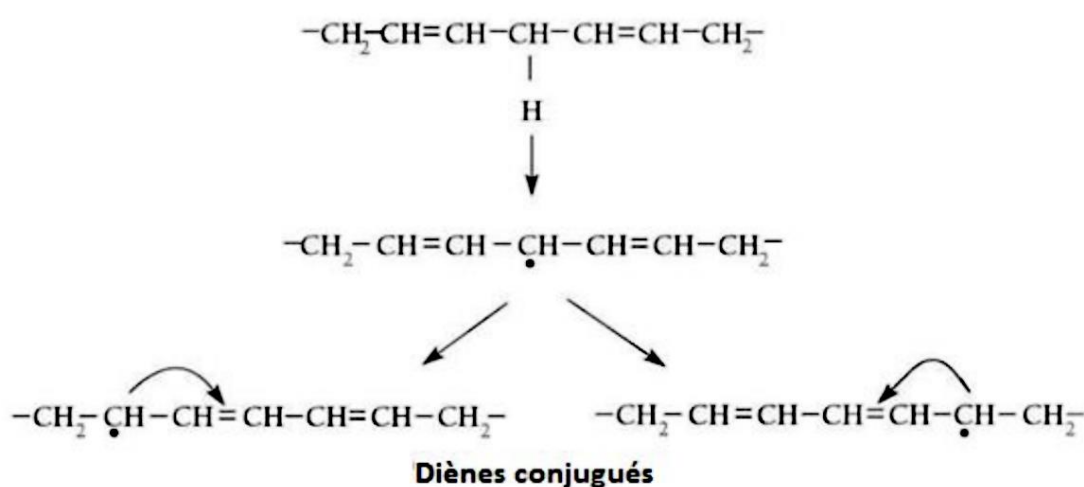
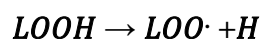
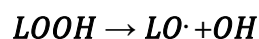


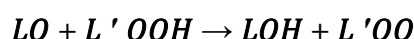
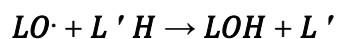
Figure 12: Formation des diènes conjugués.

Etant instables, les hydro-peroxydes peuvent subir diverses réactions dont une décomposition par scission homolytique de la liaison (O-O), conduisant à deux nouveaux radicaux libres : les radicaux peroxydes ($LOO\cdot$) et les radicaux alkoxydes ($O\cdot$) (GORDON, 1990 ; FRANKEL, 2012).





Le radical ($LO\cdot$) formé est beaucoup plus réactif que ($LOO\cdot$): Il propage le phénomène d'oxydation en arrachant un atome d'hydrogène aux lipides et aux hydro-péroxydes (DRIDI, 2016).



La cyclisation des radicaux ($LO\cdot$) a lieu à température ambiante, mais quand la température augmente, les réactions de scission et d'arrachement d'hydrogène sont favorisées. La scission subie par les radicaux alkoxy correspond à une rupture de la liaison (C-C) en position α du carbone portant la fonction alkoxy. Elle conduit à la formation d'un radical vinyle et d'un radical alkyle. Ces radicaux réagissent soit avec l'hydrogène, l'oxygène ou le radical hydroxyle, ce qui conduit à la formation de composés carbonylés tels que les aldéhydes, les cétones et les alcools (SCHAICH, 2005) (Figure 13)

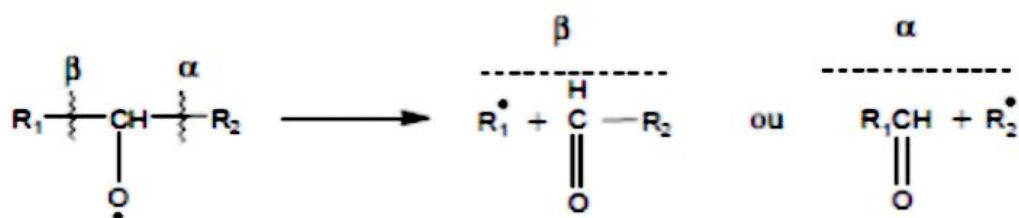
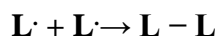


Figure 13 : Scission des radicaux alkoxyes (SCHAICH, 2005).

IV.2.2.1.3. Terminaison

Selon SCHAICH (2005), le terme « terminaison » se réfère à un radical spécifique et non pas à la réaction globale, car d'un point de vue pratique, la réaction d'oxydation lipidique ne s'arrête que lorsqu'il n'y a plus de doubles liaisons disponibles. La phase de terminaison correspond aux derniers stades de l'oxydation pendant lesquels les espèces radicalaires se recombinent pour former des produits non radicalaires, ce qui met fin aux cycles réactionnels.





Cette phase implique la formation de composés de plus haut poids moléculaire.

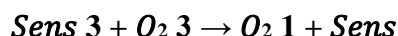
IV.2.2.2. Photo-oxydation

La photo-oxydation est une voie de peroxydation lipidique initiée par des substances photo-sensibilisatrices. La photo-oxydation correspond à la dégradation oxydative des lipides en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo-sensibilisateurs (*CHOE et al., 2006 ; CHOE et al., 2009 ; SHAHIDI et al., 2010*). Dans les aliments, les photo-sensibilisateurs sont des molécules telles que les hémoprotéines, la riboflavine ou d'autres pigments (*FRANKEL, 2012*).

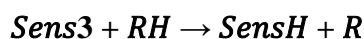
En présence d'un photo-sensibilisateur, l'énergie lumineuse convertit l'oxygène triplet ($3O_2$) en oxygène singlet ($1O_2$), qui peut réagir directement sur les doubles liaisons insaturées des chaînes grasses (*HULTIN, 1994 ; FRANKEL, 2012*).

En effet, dans son état fondamental, la molécule d'oxygène sous son état triplet est stable et incapable de réagir avec les acides gras insaturés. Les photo-sensibilisateurs interviennent dans l'oxydation des lipides selon deux types de mécanismes (*FRANKEL, 2012*).

Selon le premier mécanisme, les molécules photosensibles réagissent dans leur état excité avec l'oxygène triplet auquel elles transfèrent leur énergie pour donner un oxygène singlet (*FRANKEL, 2012*). L'oxygène singlet est très réactif et peut attaquer les acides gras insaturés pour former les hydro-péroxydes (*DRIDI, 2016*).



Dans un second mécanisme, la molécule photosensible dans son état excité agit comme les radicaux libres initiateurs et arrache un hydrogène de l'acide gras insaturé pour former un radical libre qui est capable de réagir avec la molécule d'oxygène dans son état fondamental (*FRANKEL, 2012*)



IV.2.2.3. Oxydation enzymatique

L'oxydation des lipides se produit par voie enzymatique principalement par l'action de la lipoxygénase, la cyclooxygénase, la peroxydase et la polyphénol-oxydase (*FRANKEL, 2012 ; CHOE et al., 2009*). Cette oxydation se produit soit dans les tissus végétaux et animaux soit au niveau de la trituration des graines et des fruits (malaxage), soit dans l'huile

(DECKER, 2002; ERICKSON, 2002). L'oxydation enzymatique qui se déroule en trois étapes consécutives (KUHN *et al.*, 1999 ; KUHN, 2000) est plus détaillée dans la figure (14).

La première étape de la catalyse consiste en l'abstraction stéréospécifique par l'enzyme d'un des deux atomes d'hydrogène du groupe méthylène central dans le système 1,4 (Z-Z) pentadiénique (Figure 14) (GRECHKIN, 1998). C'est l'étape limitante de la catalyse, le radical allylique obtenu étant plus réactif que l'acide gras polyinsaturé de départ. Cette réaction conduit à la formation d'un radical organique dont les électrons sont délocalisés sur tout le système pentadiénique (KHÜN *et al.*, 2002).

Les lipoxygénases végétales attaquent uniquement le C11 prochiral de l'acide linoléique et de l'acide linoléénique (GRECHKIN, 1998). Le proton méthylénique est capté par une molécule d'eau présente au niveau du site actif (PRIGGE *et al.*, 1997).

Dans une seconde étape, le radical allylique formé lors de la première étape subit une isomérisation (n+2) ou (n-2) selon la région du substrat accessible à l'atome de fer du site catalytique de l'enzyme (GRECHKIN, 1998).

Au cours de la dernière étape, l'oxygène moléculaire vient se fixer sur le radical pentadiénique (figure 14) pour former un radical hydro-péroxyde (GRECHKIN, 1998).

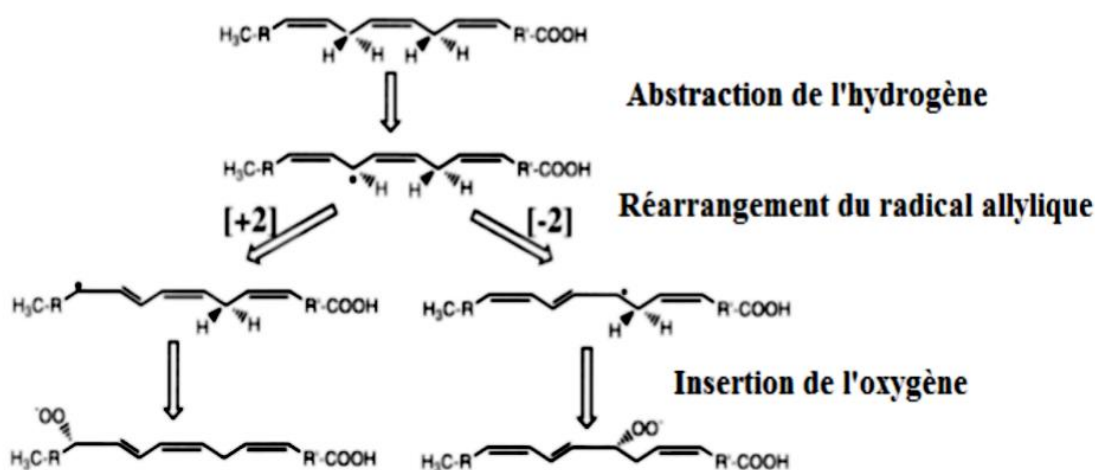


Figure 14 : Trois étapes de l'oxydation radicalaire par la lipoxygénase (KUHN *et al.*, 1999).

Parallèlement à ce mécanisme réactionnel, l'atome de fer du site actif de l'enzyme est impliqué dans un cycle d'oxydo-réduction (Figure 15).

Dans la forme inactive des lipoxygénases, l'atome de fer est réduit (Fe^{2+}). L'oxydation de l'atome de fer sous sa forme ferrique (Fe^{3+}) est nécessaire pour que la catalyse commence. Puis, l'arrachement de l'hydrogène du groupement méthylène allylique conduit à la formation d'un radical pentadiényle et d'un proton (Figure 15). Parallèlement à l'abstraction du proton, se produit l'abstraction d'un électron. L'électron réduit l'atome de fer sous sa forme (Fe^{2+}).

L'insertion d'une molécule d'oxygène génère un radical hydro-péroxyde réduit en anion par l'oxydation simultanée de l'atome de fer sous sa forme ferrique (Figure 15). Un proton est capté pour former l'hydro-péroxyde (Figure 15) (DRIDI, 2016).

L'enzyme est alors capable de recommencer un cycle de réaction.

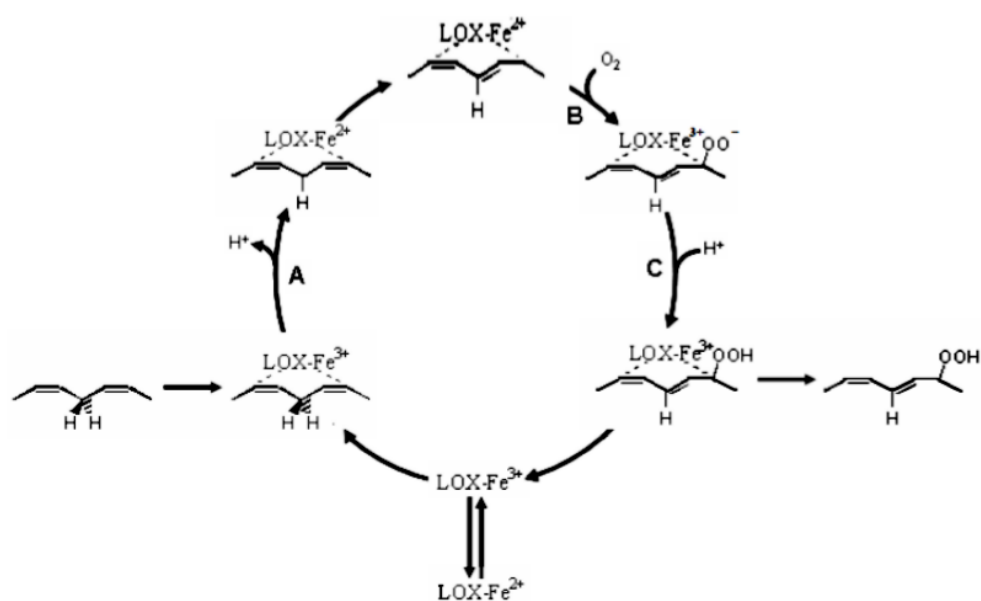


Figure 15: Oxydation de l'atome de fer de la lipoxygénase au cours de la réaction catalytique (KHUN, 2002).

IV.3. Aspect cinétique de l'oxydation des lipides

L'évolution cinétique de l'oxydation des lipides avec l'apparition/disparition des différents produits peut être décrite par plusieurs étapes (Figure 16).

IV.3.1. Phase de latence

La phase de latence ou d'initiation pendant laquelle il y a une disparition progressive des antioxydants, la formation de radicaux libres en quantités faibles par réaction des acides gras insaturés et de l'oxygène. La durée de la phase d'initiation dépend de nombreux facteurs comme la quantité d'antioxydants initialement présents dans la matrice, la présence de traces

d'espèces pro-oxydantes ou de catalyseurs d'oxydation, l'état physique de la phase lipidique, etc (DRIDI, 2016).

IV.3.2. Formation des produits primaires

La formation de produits primaires d'oxydation tels que les hydro-péroxydes.

IV.3.3. Formation des produits secondaires

La formation de produits secondaires par suite de la décomposition des hydro-péroxydes, parmi lesquels les composés volatils d'oxydation, qui sont responsables de la dégradation de l'odeur des aliments oxydés ou des acides qui participent au développement du goût de rance (DRIDI, 2016).

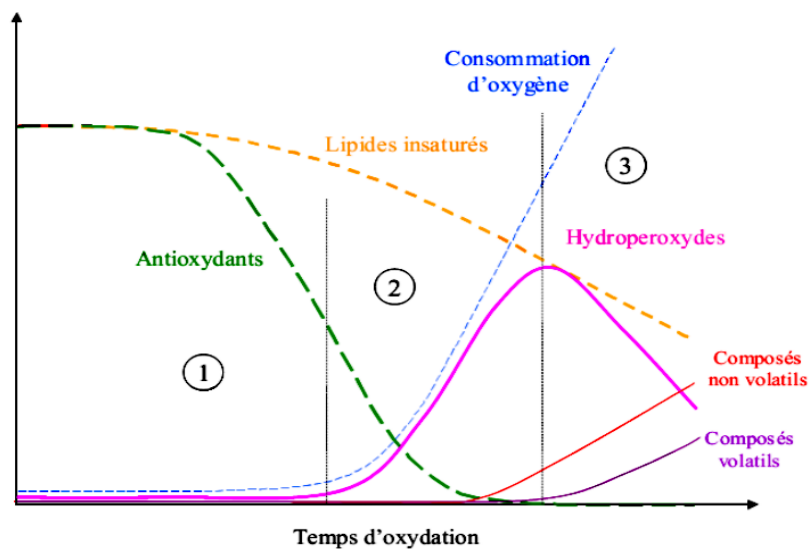


Figure 16 : Représentation schématique de l'évolution cinétique des marqueurs de l'oxydation des lipides (LABUZA, 1971).

Le temps d'oxydation présenté dans la *figure (16)* dépend de nombreux paramètres tels que la nature de l'huile, la disponibilité d'oxygène, la température, etc.

V. Huile de soja

V.1. Généralités sur les huiles végétales

L'huile est une matière grasse onctueuse, insoluble dans l'eau et généralement liquide à la température ambiante. Les huiles végétales alimentaires contiennent des molécules (ou éléments), appelées AG, dans des proportions qui varient selon leur origine (*LAMBERT, 2005*).

Chaque huile a une composition particulière illustrée par la (*figure 17*). C'est pourquoi chacune a une utilisation conseillée en fonction du type de cuisine (assaisonnement, cuisson à la poêle, cuisson au four, friture) et en fonction des besoins nutritionnels spécifiques (*COSSUT et al., 2002*).

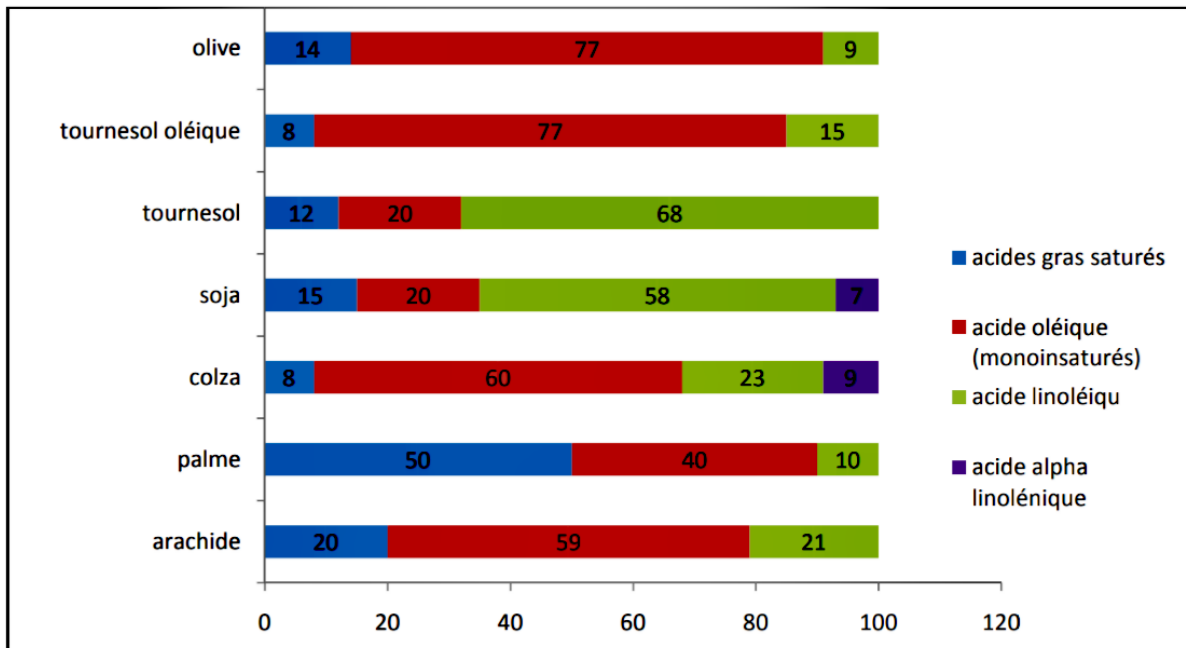


Figure 17: Représentation graphique de la composition en acides gras de quelques huiles végétales (*GRAILLE, 2003*).

Parmi ces produits, l'huile de soja qui provient d'une huile brute et qui nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage (*PLATON, 1988*).

Ce traitement doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et éliminé d'éventuelles substances

toxiques ou nocives. Il doit respecter au mieux un certain nombre de composés qu'il est souhaitable de conserver dans le produit final (DENISE, 1992).

V.2. Définition du soja

Le nom du genre *Glycine* a été donné par *Carl Linnaeus* (1737) dans sa première édition des espèces *Plantarum*. Le mot *Glycine* est dérivé du Grecs– Glykys (doux). La combinaison de *Glycine max* (L.) Merrill a été proposée par *Merrill en 1917* qui est devenu le nom valide pour cette plante (HYMOWITZ *et al.*, 1981).

V.3. Origine et description

Le soja [*Glycine max* (L.) Merrill] est une légumineuse de la famille des Fabaceae, sous famille des Faboideae, tribu des Phaseoleae, genre *Glycine* (POUZET, 1992). La plante est d'origine chinoise (WANG *et al.*, 2012) ; elle présente plus de 1200 variétés, elle a une hauteur de 20 à 180 cm (VAUGHAN *et al.*, 2009).

Ce n'est cependant qu'au cours du dernier siècle que le soja s'est développé comme culture au plan mondial avec l'utilisation de cette graine en trituration industrielle aux USA d'abord, puis en Europe et en Amérique du sud (POUZET, 1992.)



Figure 18: Plante de soja ou soya.

V.4. Utilisation de la graine de soja

La graine de soja est utilisée dans trois technologies principales : l'alimentation humaine (huile de soja, farine de soja, boissons...), alimentation animale (oléagineux, aliments pour poissons, aliments pour animaux domestiques) et biocarburants (extraction d'huile) (MEGHENEZ, 2013)



Figure 19: Graines de soja avant et après séchage.

V.5. Compositions de la graine de soja

La graine de soja est composée de 8% d'eau et 91.4% de la matière sèche (LECERF *et al.*, 1995). Sa composition en protéines, lipides, glucides et matière minérale est représenté dans le (Tableau IX)

Tableau IXIII: Composition des graines de soja (LECERF *et al.*, 1995).

Constituants	Protéine	Lipides	Glucides	Matière minérale
Poids totales	34.3%	18.7%	31.6%	4.5%
Pois sec	40-45%	17-22%	38.7%	5.1%

V.6. Traitement des graines de soja

Avant l'extraction de l'huile, le traitement est constitué des étapes suivantes :

V.6.1. Nettoyage

Le nettoyage se fait pour éliminer les cailloux, le sable, la poussière et d'autres matériaux étranges, le nettoyeur consiste en un tamis vibrant à deux niveaux. Le tamis supérieur retient les cailloux et les particules grosses, le tamis bas retient les graines de soja (*KARLESKIND et al., 1992*).

V.6.2. Triage

L'objet de cette opération est de séparer les graines brisées des graines entières le triage est réalisé simplement par tamisage cette opération est facultatif (*KARLESKIND et al., 1992*).

V.6.3. Séchage

Les graines de soja sécher jusqu'à une humidité inférieure à 10% et on retourne la graine séchée vers un silo où elle séjourne 24 heures à 3 jours. Sans cette maturation qui permet l'équilibrage de l'humidité, les coques se séparent mal au décorticage (*KARLESKIND et al., 1992*).

V.6.4. Décorticage

L'intérêt du décorticage est d'éliminer les matières sans valeur pour l'alimentation animale, mais surtout de faciliter les traitements ultérieurs. Le décorticage sera réalisé en fonction de la matière protéique et de l'huile contenue dans la graine pour arriver à avoir un tourteau à 44, 48 ou 50% de matières PROFAT (Protein Fat, Protéines + matières grasses). Pour le soja, la coque se sépare facilement, l'amande et la coque constituent des mélanges qu'il faut dissocier avec des tamis. Le concassage grossier se fait sur des concasseurs à 4 cylindres cannelés (*LAISNEY, 1992*).

V.6.5. Aplatissage

Le concassage est suivi d'un aplatissage sur cylindres lisses. Une température de 65°C est nécessaire pour avoir l'état thermoplastique indispensable pour fournir des flocons qui ne s'effritent pas. Cette température servira d'ailleurs de source de chaleur pour l'extracteur qui, doit travailler à plus de 52°C pour des raisons de sécurité mais aussi parce que l'extraction est meilleure à chaud qu'à froid (*LAISNEY, 1992*).

V.6.6. Extraction

L'exaction de l'huile est effectuée d'abord par pression et ensuite au moyen de solvants. La matière première est pressée dans des presses à vis, en continu et l'on obtient d'une part l'huile brute et d'autre part un résidu solide ou tourteau qui contient encore 10 à 20 % d'huile. Le tourteau subit ensuite une extraction au moyen d'un solvant; l'hexane. Le tourteau préalablement broyé et le solvant circulent à contre-courant dans l'extracteur. Le mélange solvant-huile ainsi obtenu est débarrassé du solvant par distillation. Le tourteau déshuilé, qui ne contient plus qu'un % d'huile est imprégné aussi de solvant qui sera éliminé par chauffage. Le solvant est récupéré pour de nouvelles utilisations et les tourteaux sont utilisés pour l'alimentation animale (MOHTADJI-LAMBALLAIS, 1989).

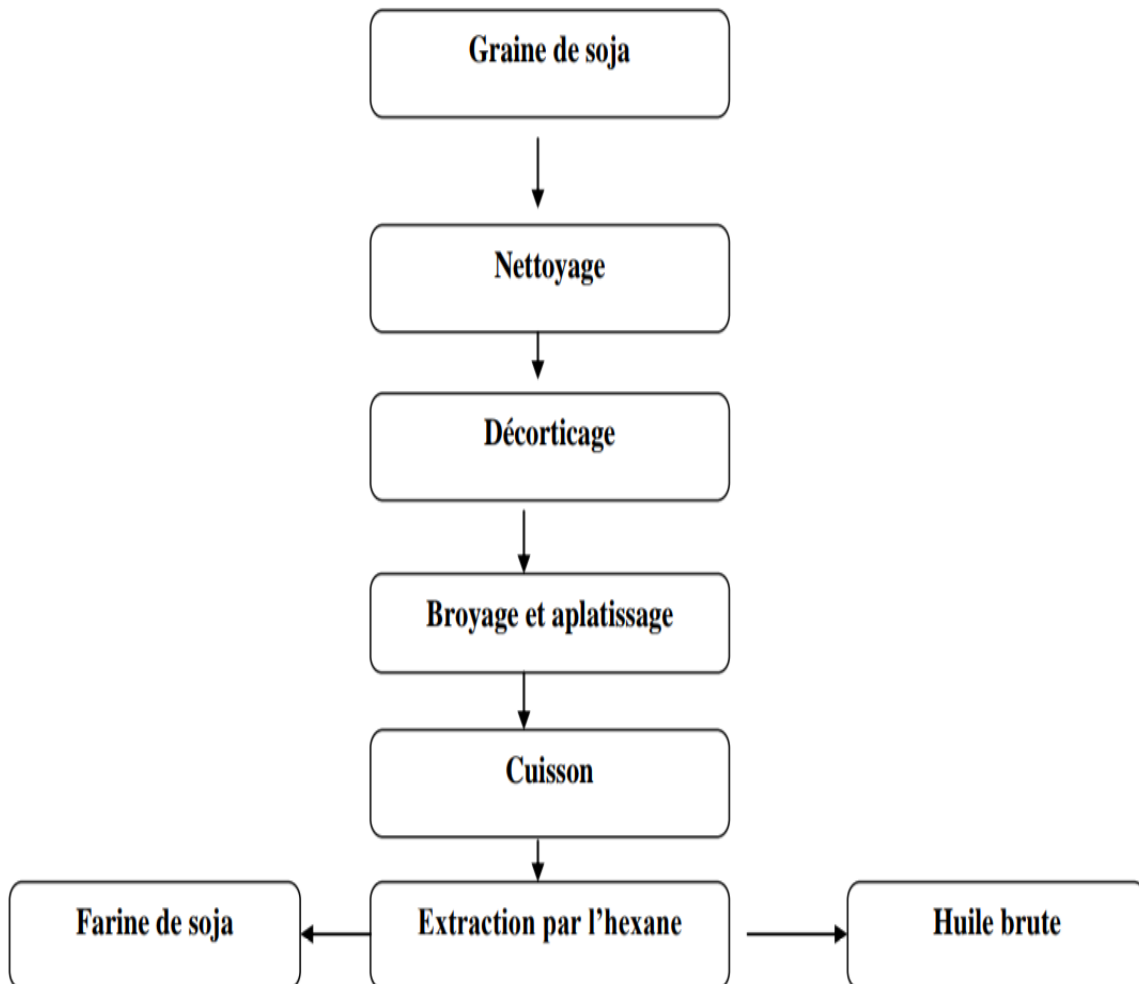


Figure 20 : Procédés d'extraction de l'huile brute de soja (BAKHOUCHE, 2013).

VI. Raffinage de l'huile brute de soja

VI.1. Définition du raffinage

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à la transformer l'huile en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropre à la consommation (*OUKILI et al., 2011*). Il permet d'obtenir une qualité conforme aux exigences des différents utilisateurs (qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes), on élimine les composés nuisibles à leur qualité (gommes, acide gras libre, pigments, agents odorants, etc.) (*FRANÇOIS, 1994*).

VI.2. Etapes du raffinage de l'huile de soja

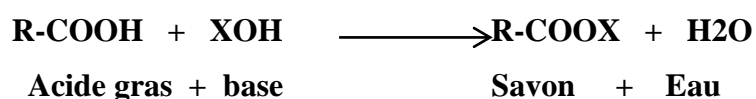
VI.2.1. Démucilagination

La démucilagination ou le dégommeage, c'est une opération qui consiste à éliminer les phospholipides, qui sont présents dans l'huile brute (*SHAHIDI et al., 1996*). De l'eau additionnée d'acide phosphorique est ajoutée provoquant la précipitation de phospholipide avec formation des mucilages, (substances présentes chez de nombreux végétaux et qui gonflent au contact de l'eau, donnant une solution visqueuse plus lourde que l'huile), ensuite ces mucilages sont éliminés par centrifugation (*COSSUT et al., 2002*).

VI.2.2. Neutralisation

C'est une opération qui consiste à éliminer les acides gras libres sous forme de composants très peu solubles dans l'huile, communément appelés pâtes de neutralisation ou soap stock, et qui seront séparés facilement par centrifugation (*MORIN et al., 2002*).

Ces pâtes sont formées suivant cette réaction



La neutralisation à la soude reste de loin la méthode la plus employée pour séparer les acides gras libres. Outre son effet neutralisant, la soude permet de débarrasser l'huile de la quasi-totalité des phospholipides restant, et d'éliminer les traces métalliques (fer et cuivre) qui sont des catalyseurs d'oxydation, donc des accélérateurs du rancissement. Enfin, la soude a un effet décolorant parce qu'elle détruit un grand nombre de pigments et de composés colorés d'origine oxydative (*DENISE, 1992*).

A la fin de la neutralisation, l'huile récupérée est bien lavée avec de l'eau chaude (90°C) pour s'assurer que toutes les traces de savons seront disparues, ainsi que les dernières traces de métaux, et d'impuretés. Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux

étapes et de préférence avec une eau décalcifiée afin d'éviter l'encrassement par dépôt de savon et de phosphate de calcium (*DENISE, 1992*).

L'huile lavée est séchée par pulvérisation sous vide à environ 90°C, pour éliminer l'humidité présente avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres et inhibe la terre décolorante (*KARTICA 2005*).

VI.2.3. Lavage et séchage

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie de la tribune de neutralisation ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés. Un à deux lavages à l'eau chaude (90°C) permet d'éliminer la quasi-totalité des traces de savons résiduels. L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres surtout en présence de savon. L'huile neutralisée sortant de lavage est pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous une pression de 30 à 60 bars (*DENIS, 1992*).

VI.2.4 Décoloration

Cette étape vise à éliminer les pigments colorés tel que (β - caroténoïde, chlorophylle etc.) et les HAP (hydrocarbure polycyclique aromatique, si on utilise le charbon actif en quantité) sont totalement éliminés lors de cette étape (*LACOSTE et al., 2005*).

La décoloration des huiles se fait par adsorption des pigments sur une terre décolorante maintenue en contact avec l'huile environ 30 min. La terre chargée en pigments est alors séparée de l'huile par filtration (*PAGES, 1994*).

VI.2.5. Désodorisation

La désodorisation, comme son nom l'indique, a pour but d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation (*CHEFTEL et al., 1992; CASIMIRO-SORIGUER, 1999*).

Cette opération consiste à injecter de la vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide (3 - 5 mmHg) à haute température (~ 250°C) (*DENISE, 1992 ; CASIMIRO-SORIGUER, 1999*).

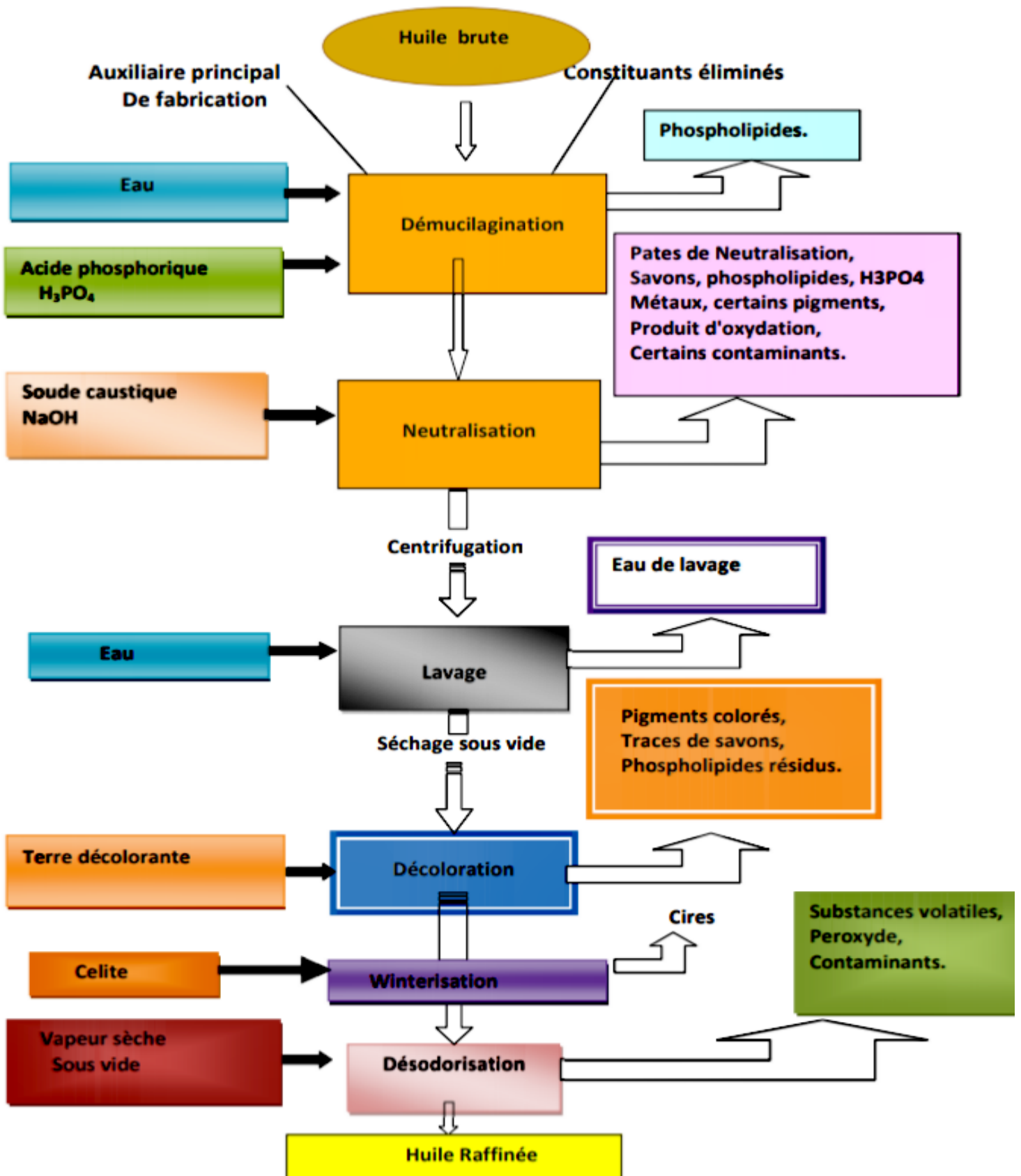


Figure 21: Diagramme général de raffinage des huiles.
(BENYOUB *et al.*, 2012).

VII. Huile de soja raffinée

L'huile de soja est fluide et d'un jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu (COSSUT *et al.*, 2002).

VII.1.Composition

L'huile de soja est l'une des huiles les plus pauvres en acides gras saturés, elle est riche en acides gras insaturés, acide linoléique (50 à 60%) et oléique (20 à 30%) ainsi qu'au tocophérols (10 à 170mg pour 100g). Toutefois, elle contient aussi une proportion non négligeable d'acide α -linoléique (5 à 9%) ce qui provoque une certaine fragilité à chaud, et elle ne contient pas de cholestérol (ROUSSEL, 2006 ; DUPIN *et al.*, 1992).

Tableau X : Composition chimique en acide gras de l'huile de soja (DEBRUYNE, 2001).

Acides gras	Acide myristique (C ₁₄ :0)	Acide palmitique (C ₁₆ :0)	Acide stéarique (C ₁₈ :0)	Acide oléique (C ₁₈ :1)	Acide linoléique (C ₁₈ :2)	Acide linoléique (C ₁₈ :3)	Acide arachidonique (C ₂₀ :0)
Teneur (%)	<0,5	7 à 12	2 à 5,5	20 à 50	35 à 60	2 à 13	1,0

VII.2. Caractéristiques physico-chimique

Les caractéristiques physiques et chimiques de l'huile de soja sont représentées dans le tableau XI.

Tableau XI : Caractéristiques physico-chimique de l'huile de soja (CODEX ALIMENTARIUS, 1993).

Densité relative (20C°/eau à 20C°)	0,919 – 0,925
Indice de réfraction (%)	1,466 – 1,470
Indice de saponification (mg KOH/g huile)	189 – 195
Indice d'iode (g/100g d'huiles)	120 – 143
Insaponifiable	Au maximum 15g/Kg

VII.3. Consommation et bilan alimentaire des huiles en Algérie

En 2009, la consommation d'huiles végétales s'établissait à un peu plus de 12 kg/personne en Algérie (contre 17 kg en Tunisie et 12 au Maroc). L'huile d'olive, produit traditionnel ne représente que 13% de cette consommation. Elle est largement supplantée aujourd'hui par l'huile de soja (49%), de tournesol (13%), de colza (7%) et d'arachide (5%). À l'exception de l'huile d'olive, les autres huiles sont importées. Au total, le marché intérieur représenterait environ 430 000 t (*RASTOIN et al., 2014*).

VII.4. Intérêt nutritionnel de l'huile de soja

L'huile de soja a une valeur très appréciable dans l'alimentation humaine et elle offre la plus haute teneur en acide gras polyinsaturé, Sa haute teneur en acide linoléique donne une valeur nutritive supérieure à celle des autres huiles végétales (*ASIEDU, 1991*).

L'huile de soja exerce une action sur la peau, les muqueuses, le système endocrinien et nerveux. Son activité est surtout remarquable en cas d'hypercholestérolémie et d'athérosclérose, et de manière générale dans toutes les maladies cardiovasculaires (*COSSUT, 2002*) et vitamines liposolubles qui présentent des propriétés anti-oxydantes responsables de la stabilité oxydative de l'huile (*ROCHE, 2005*).

Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (*COSSUT et al., 2002*).

VII.5. Publications scientifiques sur les effets d'huile de soja sur la santé

Les effets à court et à long terme de l'huile de soja chauffée sur le métabolisme osseux chez des rats Sprague-Dawley ovariectomisés ont été étudiés (*IMA-NIRWANA S, 2007*).

Il ressort de cette étude que le chauffage répété de l'huile de soja a détruit les tocophérols, provoquant une augmentation des taux sériques d'IL-6 et d'ostéocalcine, entraînant une augmentation de la résorption osseuse et de l'ostéoporose à long terme.

L'huile de soja fraîche protège contre les changements vasculaires dans un modèle de rat déficient en œstrogènes : une étude en microscopie électronique (*ADAM, 2009*)

L'huile de soja fraîche offrait une protection dans l'état de carence en œstrogènes, car ces rats présentaient des caractéristiques similaires à celles du groupe NC. Les dommages causés à la tunique intima et l'augmentation du rapport tunique intima/épaisseur média ont montré l'effet délétère de la consommation répétée d'huile de soja chauffée chez des rats femelles castrés.

L'effet de l'ingestion d'huile époxyde de soja sur les monooxygénases, l'époxyde hydrolase et les activités des UDP glucuronosyltransférases dans les microsomes hépatiques du rat a été rapporté par (*MOUNIE et al., 1998*).

L'effet de l'huile de soja peroxydée dans le régime alimentaire de rats Wistar mâles a été étudié sur les enzymes hépatiques métabolisant les médicaments et leur induction de phénobarbital et comparé à celui du régime alimentaire de soja naturel dans les mêmes conditions. Aucune hépatomégalie ou augmentation des transaminases sériques ne s'est produite, cependant la croissance a été inhibée après ingestion d'huile de soja peroxydée. De plus, la biosynthèse protéique de l'époxyde hydrolase déterminée par immunochimie a été largement stimulée par ce traitement ; mais l'activité correspondante mesurée avec l'oxyde de benzo(a)pyrène 4-5 comme substrat a augmenté dans des proportions plus faibles. Cette induction était limitée à l'époxyde hydrolase uniquement, car les enzymes de la phase I n'étaient pas affectées et les activités de l'UDP glucuronosyltransférase envers les substrats du groupe I étaient activées de manière aléatoire.

L'effet du traitement de l'hypercholestérolémie chez le rat male par introduction dans la ration d'huile de soja supplémentée ou non par de l'huile de sardine a été déterminé par *DURAND et al., (1979)*.

Ils ont montré que la substitution de l'huile de soja au saindoux a considérablement réduit l'hypercholestérolémie chez le rat mâle avec une hypercholestérolémie induite due à une surcharge alimentaire de cholestérol et de désoxycholate de sodium. La diminution était plus marquée lorsqu'un mélange de 80 p. 100 huile de soja + 20 p. 100 huile de sardine ont remplacé le saindoux. Cette amélioration de l'effet hypocholestérolémiant en ajoutant de l'huile de sardine à l'huile de soja était due aux acides gras à longue chaîne (principalement C20:5 et/ou C22:5 n-3 dans l'huile de poisson).

Les effets de l'ajout de palmitostéarine ou d'huile de soja sur les protozoaires dans le rumen des vaches laitières et des ovins sont étudiés par *BAUCHART et al., (1988)*. Ils ont montré que l'ajout de palmitostéarine non protégée (P ; 10,6 % d'apport en MS) ou d'huile de soja (SO ; 8,7 % de DMI) à un concentré de foin/alimentation (50/50) n'a entraîné aucune différence significative dans le nombre total de protozoaires dans le liquide du rumen des vaches laitières. et les moutons, et dans la distribution et les variations postprandiales des espèces de protozoaires. L'analyse chimique des protozoaires purifiés n'a révélé aucun effet significatif de la supplémentation en lipides sur leur teneur totale en N, ARN et

lipides. Cependant, il y avait une incorporation spécifique (P inférieur à 0,05) d'acides C16:0 et C18:2 dans la fraction d'acides gras libres avec les régimes P et SO respectivement.

Étude expérimentale

Matériel et Méthodes

I Matériel et méthodes

I.1. Objectif de l'étude

Le but de notre étude expérimentale consiste à évaluer le degré de résistance d'une huile végétale raffinée largement utilisée par les ménages et dans les industries agro-alimentaires au traitement thermo-oxydatif à 180°C, qui une température de friture. Cette huile est dénommée « Elio » ; elle est fabriquée par le groupe Cévital (spa Bejaïa).

La particularité de cette huile est sa forte teneur en acides gras polyinsaturés (*SADOUDI et al., 2014*). C'est une huile 100% soja.

I.2. Conduite expérimentale

I.2.1. Choix de l'huile

Cette huile est très répandue sur le marché national ; elle est utilisée dans la cuisson et les fritures. L'huile analysée dans notre étude été achetée dans le commerce à DYLIA MARKET à TIZI-OUZOU. Elle est conditionnée dans un emballage en (PET) (*Figure 22*).



Figure 22: Huile utilisée dans notre étude.

Les caractéristiques portées sur les étiquettes des emballages de cette huile sont intégrées dans le *tableau XII*.

Tableau XII: Caractéristiques portées sur l'étiquette d'emballage de cette huile « Elio » 100% soja.

Format	Dénomination	Additifs alimentaire	Date d'utilisation	Conseil d'utilisation
2 litres	Elio	Antioxydant SIN306 (extrait riche en tocophérols 100% naturel)	F : 17-05-2021 17:28 E : 16-05-2023	-Conserver dans un endroit propre à l'abri de la chaleur et de la lumière. -Ne pas chauffer l'huile plus de 180°
1 litre	Elio	Antioxydant SIN306 (extrait riche en tocophérols 100% naturel)	F : 07-05-2021 20:27 E : 06-05-2023	-Conserver dans un endroit propre à l'abri de la chaleur et de la lumière. -Ne pas chauffer l'huile plus de 180°

I.2.2. Choix de la friteuse

On a utilisé pour le chauffage de l'huile une friteuse électrique, celle-ci est de marque «TRISTAR» (figure 23), model NO.:2820-6935 230V, 50/60Hz 2000W. Cette friteuse est d'une contenance de 3 litres. Elle comporte un couvercle et un thermostat.



Figure 23: Friteuse électrique marque «TRISTAR» model NO.:2820-6935 230V, 50/60Hz 2000W.

II.2.3. Procédure de chauffage

Dans la présente, on a procédé au chauffage de l'huile sans incorporation d'aliments. Un volume de 3 litres d'huile a été transvasé dans cette friteuse ; la température a, ensuite, été réglée à 180°C, soit la température de friture. Après un temps d'attente de 15 minutes, le chronomètre a été enclenché ; ce temps d'attente permet à l'huile d'atteindre la température souhaitée. (La stabilité de la température souhaitée est contrôlée à l'aide d'un thermomètre) (Figure 24).

Ce traitement thermique a été réalisé en continue pendant une durée de 8 heures durant laquelle la friteuse a été maintenue ouverte. Au cours de ce long processus therm-oxydatif, des échantillons d'huile ont été prélevés à des temps réguliers pour les analyser.



Figure 24: Mesurage de la température de l'huile souhaité (180°) avec un thermomètre.

II.2.4. Echantillonnage

Lorsque le temps de prélèvement T a été atteint, un volume de 200ml d'huile a été prélevé après homogénéisation du bain. le premier prélèvement a été fait après 30 minutes de traitement thermique, les autres prélèvements ont été effectués après chaque 2h.(tableau XIII).

Ces échantillons ont été transvasés dans des flacons en verre (figure 25), puis recouverts avec du papier aluminium pour éviter la photo-oxydation (figure 26) ; ensuite ils sont étiquetés (le numéro d'échantillon et le temps de prélèvement).

Après refroidissement des flacon à température ambiante, ils ont été conservés au réfrigérateur, réglé à +4°C j'usqu'à l'analyse.

Tableau XIII: Le temps de prélèvement pour chaque échantillon.

échantillons (E)	E1 Témoin (T)	E2 (T30)	E 3 (T2)	E4 (T4)	E5 (T6)	E6 (T8)
Le temps du traitement thermique (T)	T=0	T30=30min	T2=2h	T4=4h	T6=6h	T8=8h



Figure 25: Flacons étiquetés contenant les échantillons de l'huile refroidie.



Figure 26 : Flacons contenant les échantillons d'huile, recouverts avec du papier aluminium.

Les échantillons obtenus ont fait l'objet de plusieurs analyses physico-chimiques pour suivre l'évolution des critères de qualité en fonction du temps de chauffage.

I.3. Méthodes d'analyses

Pour évaluer le degré de résistance ou de sensibilité de l'huile analysée au cours de son chauffage, divers critères physico-chimiques ont été analysés, on en cite :

-Les indices physiques :

Le taux d'humidité.

Extinction spécifique dans l'ultraviolet.

La densité.

La viscosité.

-Les indices chimiques :

Acidité.

Indice de peroxyde.

Indice d'iode.

Ces analyses ont été effectuées sur l'huile à l'état frais et sur les échantillons prélevés.

I.3.1. Indices physiques

I.3.1.1. Teneur en eau et matières volatils (AFNOR NF T606-201,1984)

La teneur en eau et en matière volatile d'un CG est définie comme étant la perte de masse subie par ce produit après son chauffage à $103\pm 2^\circ\text{C}$ pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau.

Le principe consiste à chauffer une prise d'essai à $103\pm 2^\circ\text{C}$ dans une étuve pendant 3 heures de temps (l'élimination complète de l'eau). La teneur en eau est donnée par la formule suivante :

$$H\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Soit :

m₀ : masse en gramme de bécher.

m₁ : masse en gramme du bécher et de la prise d'essai.

m₂ : masse en gramme du bécher et du résidu de la prise d'essai après chauffage.



Figure 27 : Etuve utilisée pour le chauffage des échantillons réglé à la température de $103\pm 2^{\circ}\text{C}$.

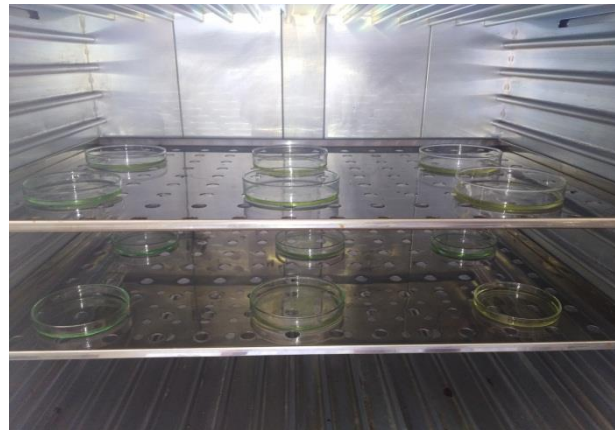


Figure 28 : Echantillons à l'intérieure de l'étuve a température de $103\pm 2^{\circ}\text{C}$



Figure 29: Dessiccateur utilisé pour le refroidissement des échantillons.

I.3.1.2. Détermination de la densité à 20°C (AFNORNFT606-21,1984)

La densité relative à 20°C (D_{20}) d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de ce corps gras à une température (°C) par la masse de même volume d'eau distillée à 20°C.

Le Principe consiste à peser dans une éprouvette de 5 ml le même volume d'eau et d'huile prises à la même température. La densité est exprimée par la relation suivante :

$$D = \frac{m_1 - m}{m_0 - m}$$

Soit :

m : poids de l'éprouvette vide.

m_1 : poids de l'éprouvette pleine d'eau.

m_0 : poids de l'éprouvette pleine d'huile.



Figure 30 : Balance de précision utilisée dans l'analyse de la densité.

I.3.1.3. Viscosité

La viscosité est définie comme étant le coefficient de frottement intramoléculaire.

Le principe consiste à mesurer le temps que nécessite une balle en métal pour s'écouler dans un capillaire d'un viscosimètre rempli d'huile. La viscosité est exprimée par la formule suivante :

$$\mu(C.p\sigma) = K(\rho_f - \rho)t$$

Sachant :

μ : La viscosité en Centipoise.

ρ_f : La densité de la balle de métal qui est égale à 8,02 g/ml.

ρ : Densité de l'huile.

t : Le temps de descente en minute.

K : Constante du viscosimètre qui est égale à 35.

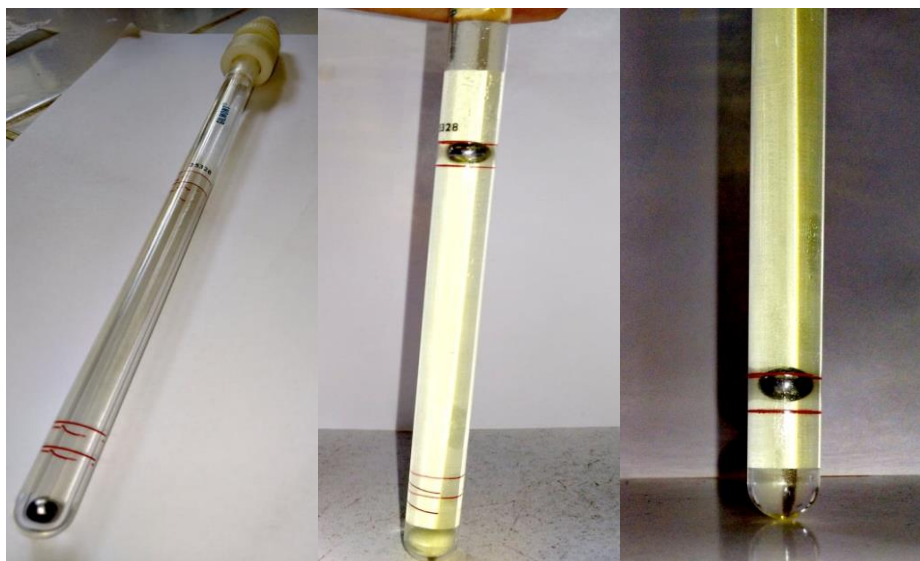


Figure 31: Viscosimètre utilisé dans l'analyse de viscosité.

I.3.1.4 Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet (AFNOR T60-223. 1968).

La spectrométrie ultraviolette est basée sur le pouvoir que possèdent certaines substances d'absorber l'énergie lumineuse. Les produits d'oxydation des huiles ont des spectres caractéristiques dans l'UV. Les produits primaires d'oxydation des lipides contenant des doubles liaisons conjuguées peuvent être quantifiés par spectrométrie UV (KLEIN, 1970 ; CORONGIU *et al.*, 1994).

L'oxydation des AGPI s'accompagne d'un déplacement des doubles liaisons qui passent de la position malonique à la position conjuguée. Les diènes conjugués absorbent à 232-234 nm et les triènes conjugués à 268-270 nm et peuvent donc être suivis par mesure de l'absorbance à ces longueurs d'onde. Par conséquent, plus l'absorbance à 232-234 nm est forte, plus le corps gras est peroxydé ; plus l'absorbance à 268-270 nm est forte, plus le corps gras est riche en produits secondaires d'oxydation (ANONYME, 2006).

Cette méthode est rapide sur des lipides purs (cas des huiles), solubilisés dans un solvant organique. En revanche, elle peut être peu spécifique et conduit parfois à des interférences avec les antioxydants (GRAY, 1978).

$$E_{1\% 1\text{ cm}}(\lambda) = A / c \cdot d$$

Les extinctions spécifiques à 232 nm et 270 nm sont exprimées comme suit :

- $E_{1\% 1\text{ cm}}(\lambda)$: extinction spécifique à la longueur d'onde λ .
- $A(\lambda)$: densité optique à la longueur d'onde λ .
- c : concentration de la solution à analyser.
- d : épaisseur de la cuve.



Figure 32: Cuve utilisé durant notre analyse (Cuve en quartz de 1cm d'épaisseur).



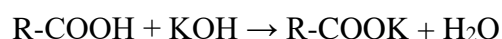
Figure 33 : Spectrophotomètre utilisé pour l'analyse de l'extinction spécifique à 232 nm et 270 nm (Spectrophotomètre UV/VIS 9 200 avec possibilité de lecture pour chaque unité nanométrique)

I.3.2. Analyses chimiques

I.3.2.1. Acidité (AFNOR-NF T60-204, 1988).

L'acidité est l'expression conventionnelle en pourcentage d'acide gras libre selon la nature du corps gras. Généralement, l'acidité est estimée selon le taux d'acide oléique pour l'ensemble des CG. La détermination de l'acidité a une grande importance dans la mesure où elle permet de mesurer le degré d'altération (hydrolyse des triglycérides) de la matière grasse.

Le principe consiste à neutraliser les acides gras libres à l'aide d'une solution de KOH en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré selon la réaction suivante :



Acide gras base savon eau

L'indice d'acidité est donné par la formule suivante :

$$A\% = \frac{V \cdot N \cdot M}{10 \cdot m}$$

Soit :

A : acidité exprimée en pourcentage.

V : volume en (ml) de la solution KOH utilisée pour le titrage.

N : normalité de la solution KOH qui égale à 0.1 N.

m : masse en (g) de la prise d'essai.

M : masse molaire de l'acide oléique (282.5g/mol).



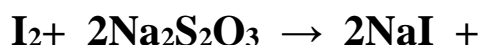
Figure 34 : Couleur rose persistante qui apparaît après le titrage avec l'hydroxyde de potassium.

I.3.2.2. Indice de peroxydes (AFNOR NF T60-220, 1988).

L'indice de peroxyde est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode.

Le principe de cette méthode consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI).

Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0.01N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré, selon la réaction suivante :



L'indice de peroxyde est donné par la formule suivante :

$$I_{p(\text{meqO}_2/\text{Kg})} = \frac{N \times (V - V_0)}{m} \times 10^3$$

m : masse en gramme de la prise d'essai.

V : Volume en ml de KOH utilisé pour le titrage.



Figure 35: Apparition de la couleur bleu noirâtre après l'ajout de l'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon à 1%.



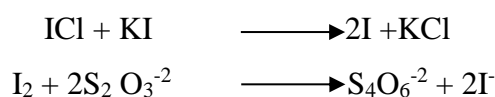
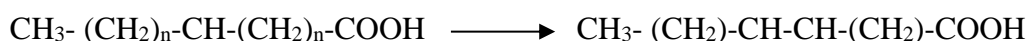
Figure 36 : Décoloration complète après le Titrage de l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

I.3.2.3. Indice d'iode (AFNOR-NFT60-203).

L'indice d'iode (I_i) est la quantité de l'iode en gramme fixée par 100 g de corps gras. Le principe consiste d'ajouter une solution de monochlorure d'iode dans un mélange d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone.

Après un temps de réaction donné (30min), on détermine l'excès d'halogène par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau distillée, puis par titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium.

Les réactions qui se passent sont les suivantes :



L'indice d'iode est exprimé par:

$$Ii(\text{gI}_2 | 100\text{g}) = N(V_0 - V) \times (12.69) / P$$

Soit:

Ii : indice d'iode.

V₀ : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml.

V : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml.

N : normalité de thiosulfate de sodium.

12.69 : masse d'iode correspondant à 1ml de thiosulfate de sodium pour 100g de corps gras.



Figure 37: Apparition de la coloration jaune après le titrage avec la solution de thiosulfate de sodium.

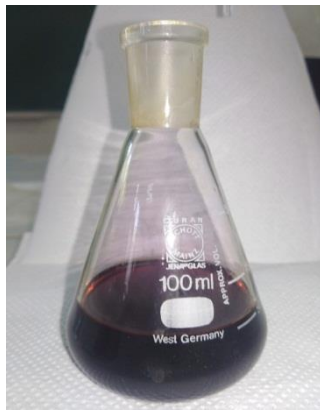


Figure 38: Apparition de la coloration bleue foncée après l'ajout de la solution d'amidon à 1%.

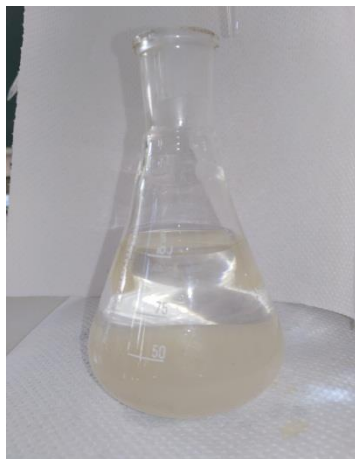


Figure 39: Disparition de la coloration bleue après le titrage avec la solution du thiosulfate de sodium.

Résultats et discussion

II. Résultats et discussion

II.1. Paramètres organoleptiques

Selon *INNAWONG et al., (2004)*, il est connu que les huiles de friture utilisées de manière continue ou répétée à haute températures en présence d'oxygène, sont soumises à une oxydation thermique, la polymérisation et l'hydrolyse. Les produits de décomposition ont un effet négatif sur la saveur et la couleur de l'huile ; la détérioration des huiles de friture est généralement suivie par les modifications du taux d'acides gras libres (AGL), de la couleur de l'huile et de son odeur.

Les résultats de l'analyse sensoriale obtenus dans notre étude sont intégrés dans le *tableau XIV*.

Tableau XIV: Résultats de l'analyse sensoriel des échantillons d'huile.

Temps de chauffage	T0 Huile fraîche (Témoin)	T30 (30 min)	T2 (2 heures)	T4 (4 heures)	T6 (6 heures)	T8 (8 heures)
Paramètres						
Couleur de l'huile	Claire	Moins Claire	Moins Claire	Moins Claire	Moins Claire	Brune
Odeur perçue	Caractéristique	Caractéristique	Piquante	Piquante	Piquante	Piquante
Apparition de fumée	-	-	-	-	-	-
Apparition de la mousse	-	-	-	-	-	-

- : Absence

II.2. Evolution des indices chimiques

II.2.1. Acidité

Selon *NJUSSA (1999)* l'indice d'acide est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans un gramme de corps gras

Cet indice permet de mesurer la quantité d'acides gras libres résultant des réactions d'hydrolyse et d'oxydation des triglycérides (*NDEYE, 2001*).

L'acidité est un moyen de mesurer le degré d'altération hydrolytique d'une huile ; elle permet de mettre en évidence une hydrolyse ; néanmoins, cette hydrolyse ne prévoit pas le degré d'oxydation ou de polymérisation des AG (*KPOVISSI et al., 2004*).

Elle est souvent exprimée en quantité d'acide oléique. Elle renseigne principalement sur l'altération des TG suite à une hydrolyse chimique ou enzymatique dans les conditions propices (ADRIAN *et al.*, 1998).

Les résultats de l'acidité (moyenne de trois répétitions) obtenus dans notre étude sont portés dans la *Figure 40*.

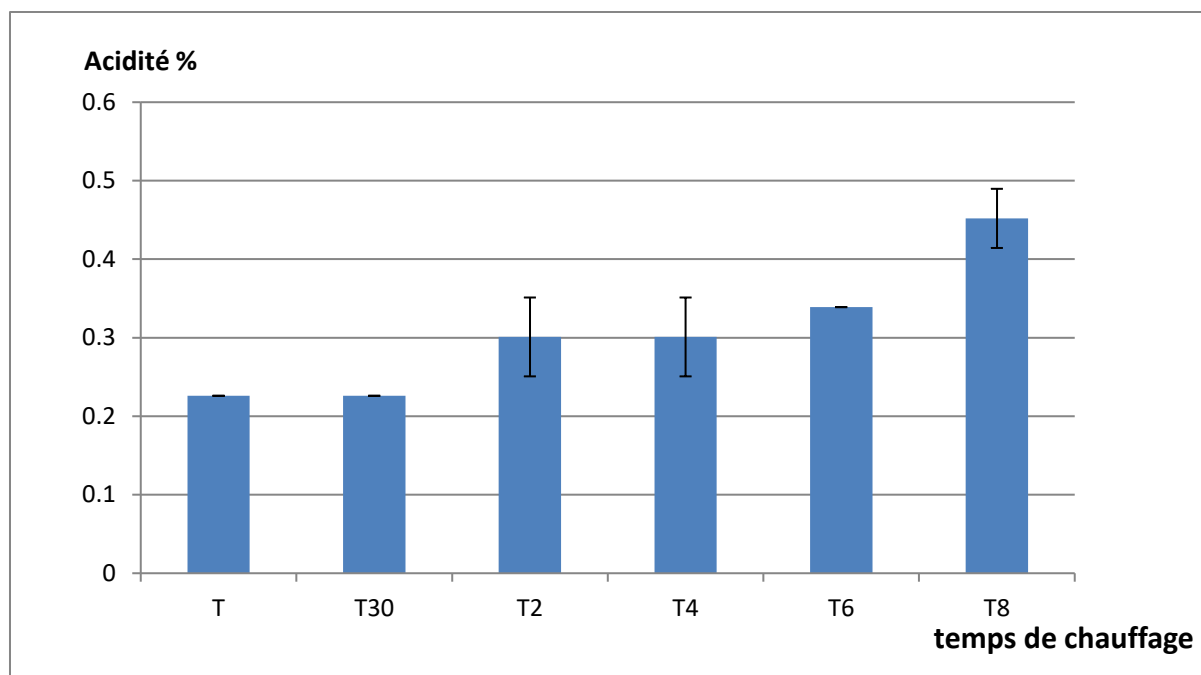


Figure 40: Evolution de l'acidité libre de huiles « Elio » au cours de chauffage.

Selon la Norme algérienne (NA-1169-1990), qui exige une valeur de l'acidité inférieure à 0.20%, on observe que l'acidité de l'huile étudiée est légèrement supérieure à cette norme, la valeur est de 0.226%.

Le chauffage a induit une augmentation de l'acidité de l'huile ; cette augmentation est proportionnelle au temps de chauffage. La valeur maximale enregistrée est de 0.452

Les résultats obtenus pour l'indice d'acide, montrent qu'après 8h de chauffage l'acidité a augmenté de 100%.

Dans le processus d'hydrolyse, la molécule de TG réagit avec une molécule d'eau pour donner un AGL et un diacylglycérol (GUPTA, 2005). Donc cette augmentation de l'indice d'acide peut provenir des réactions chimiques s'opérant au niveau de l'huile au contact de l'air sous l'effet de la chaleur.

Par ailleurs, les valeurs obtenues pour l'acidité sont supérieures à celles obtenues par *TRACHE et KECILI, (2014)* ayant analysé cinq marques d'huiles avec incorporation d'aliments lors des fritures répétées. La valeur enregistrée pour la marque « elio » est de 0,063.

Cependant, l'acidité de notre huile est inférieure à celle trouvée par *KHELIFA et AMARI, (2017)* qui ont noté une acidité de 0.735 pour l'huile mixte « Elio, un mélange de 80% soja et 20% tournesol » après 8h de chauffage.

Cette variation d'acidité pourrait être due à divers facteurs, on en cite entre autres, la température appliquée à l'huile ainsi que sa teneur en eau ; il semble que l'eau hydrolyse l'huile plus vite que la chaleur (*POKORNY, 1989*).

Selon *CRAPISTE et al., (1999)*, l'acidification d'une huile de friture fraîche peut dépendre de nombreux paramètres. Avant de subir le raffinage, la plupart des huiles brutes sont exposées aux changements de températures pendant un temps relativement long dans des hangars de stockage et/ou dans les cales des navires pendant le transport. L'auto-oxydation ou la rancidité oxydative est la principale cause des pertes de qualité des huiles brutes et raffinées pendant le stockage.

Nos résultats, soumis à une analyse de la variance à un facteur à savoir le temps de chauffage montre une probabilité inférieure à 0.001, (p value = 0,00037), ce qui signifie que l'acidité varie d'une façon très hautement significative en fonction du temps de chauffage. Le test de *NEWMANKEULS* au seuil de signification de 5% fait apparaître deux groupes homogènes A et B illustrés dans (*Annexe 8*).

II.2.2.Indice de peroxyde

D'après *ROLLAND (2004)*, la mesure de l'oxydation d'un CG en temps réel se fait par la mesure de l'indice de peroxyde. Cet indice correspond au nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de lipide susceptible d'oxyder l'iodure de potassium avec libération d'iode.

Les résultats de notre expérimentation (moyenne de trois répétitions) sont illustrés par la *figure 41*.

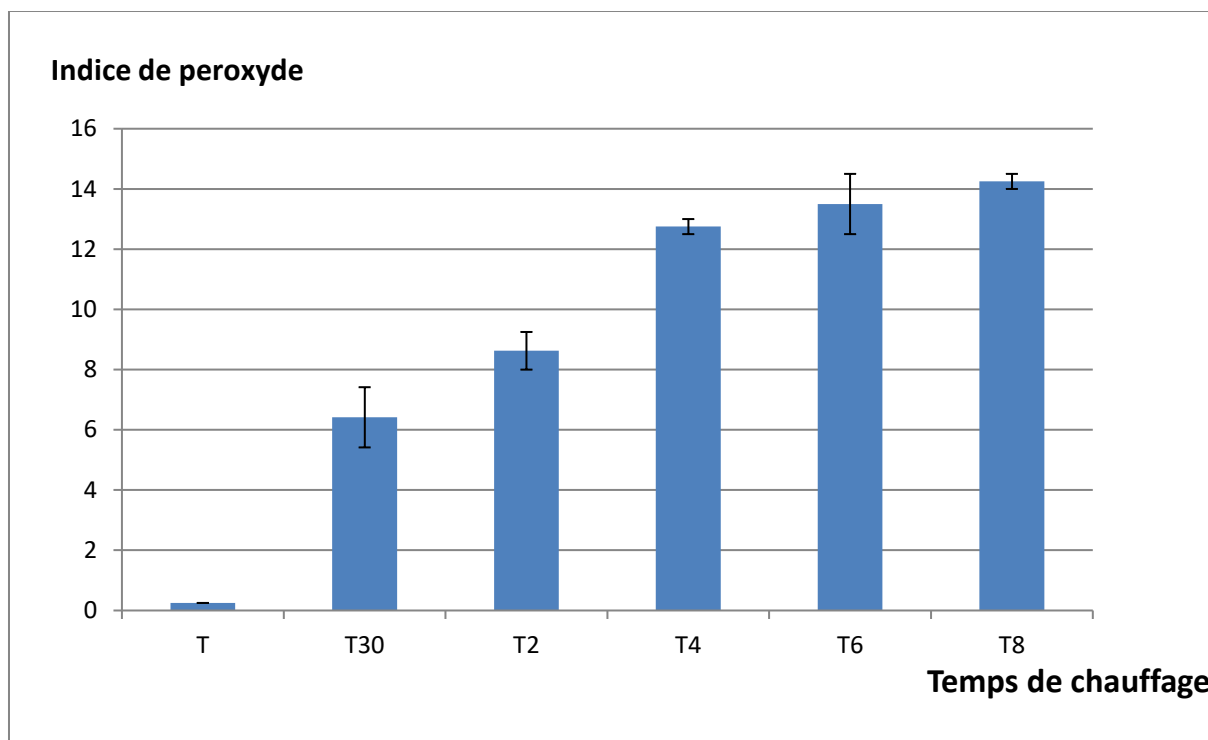


Figure 41: Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile « Elio » au cours du chauffage.

La valeur obtenue de l'indice de peroxyde pour l'huile fraîche est de 0,25 meq/Kg. Cette valeur est nettement inférieure à la norme *ISO 3960*, qui exige une valeur maximale de 10meq/Kg d'huile.

Les résultats obtenus montrent une augmentation continue de l'indice de peroxyde en fonction du temps de chauffage. Cette augmentation de IP serait due, selon *CONSTANTIN, (2000)* ; *JUDDE, (2004)* à l'apparition de composés peroxydés (peroxydes ROO^o) à partir des radicaux libres instables (R^o) des AGI.

La formation de ces peroxydes pourrait être influencée par : la présence de l'oxygène de l'air (O₂), l'action de la chaleur (effet combiné de la température et du temps de chauffage) et la destruction de tocophérols, présents dans l'huile, qui jouent un rôle antioxydant (*CONSTANTIN, 2000* ; *O'BRIEN, 2009*).

Nos résultats sont inférieurs à ceux obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER, (2014)* ayant travaillé sur une huile 100% tournesol de marque « Fleurial » avec incorporation de l'huile fraîche pendant des fritures répétées ; les valeurs enregistrées sont de 12.00 meq O₂/Kg d'huile à la 1^{ère} friture et 27.50 meq O₂/Kg d'huile à la 10^{ème} friture.

Cette différence peut être due à plusieurs facteurs : la teneur élevée de cette huile en AGI aurait favorisé sa sensibilité à la thermo-oxydation, l'incorporation d'aliment (pomme de

terre) dans le bain de friture, ce qui provoque l'augmentation de l'humidité de l'huile et favorise les réactions d'oxydation. Certains facteurs comme l'extraction, conditionnement et le transport peuvent être la cause de production des peroxydes des huiles fraîches.

Nos résultats montrent une augmentation continue de la valeur de l'indice de peroxyde durant toute la période de chauffage. En revanche, *TRACHE et KECILI, (2014)* ont enregistré une diminution de cet indice à partir de la 5^{ème} friture.

Selon *GERTZ, (2008)*, cet indice peut diminuer suite à la décomposition des hydro-peroxydes pour former les produits secondaires d'oxydation.

CRAPISTE et al., (1999) suggèrent que l'augmentation de la température d'oxydation entraîne la décomposition des hydro-peroxydes et par voie de conséquence une diminution de l'IP. En revanche, il se forme des produits secondaires d'oxydation, tels que les aldéhydes, les cétones. Donc la diminution des résultats de l'extinction spécifique à 270nm (*Figure 44*) confirme l'augmentation continue de l'indice de peroxyde.

Cette augmentation continue peut être due à l'énergie d'activation de la réaction de décomposition des produits primaires d'oxydation qui est nettement inférieure à celle de leur formation.

Nos résultats soumis à l'analyse de la variance à un facteur à savoir le temps de chauffage (*Annexe 9*) montre une probabilité inférieure à 0.001, (p value=0,00012), ce qui signifie que l'indice de peroxyde varie d'une façon très hautement significative en fonction du temps de chauffage. Le test de NEWMANKEULS au seuil de signification de 5% fait apparaître trois groupes homogènes A, B et C illustrés dans *l'annexe 9*.

II.2.3. Indice d'iode

L'indice d'iode « Ii » indique le nombre de doubles liaisons ou le degré d'insaturation globale des lipides. Cet indice renseigne sur le degré d'oxydation des huiles et, donc, sur leur stabilité oxydative (*VINAIXA et al., 2005*).

Selon *KPOVIESSI et al., (2004)*, les valeurs élevées de l'indice d'iode indiquent que ces huiles sont riches en AGI.

Les valeurs de l'indice d'iode obtenues dans notre étude sont intégrées dans le *Tableau XV*.

Tableau XV: Evolution de l'indice d'iode au cours de chauffage.

échantillon	T	T30	T2	T4	T6	T8
Indice d'iode	63,45±0	24.74±3.17	31.05±1.58	64.08±5.71	73.28±2.22	84.07±6.66

Ces valeurs sont une moyenne de deux répétitions

La valeur de l'Ii enregistrée sur l'huile fraîche est inférieure à la norme nationale, comprise entre 120 et 143 g I₂/100g huile.

D'après les résultats obtenus de l'indice d'iode, on observe une évolution en dents de scie durant toute la période de chauffage : une diminution entre l'huile fraîche et 30 minutes de chauffage à 180°C puis une augmentation jusqu'à 8 heures de chauffage à la même température.

Nos résultats ne correspondent pas avec ceux obtenus par *GERTZ, (2008)* ; *SANCHEZ- GIMENO et al., (2008)* ; *HAMOUCHE, (2015)* qui ont montré que l'indice d'iode diminue au fur et à mesure que le nombre de fritures augmente ; cette chute est due à la formation des produits d'oxydation lipidiques. Par ailleurs, la diminution du degré d'insaturation des huiles utilisées est principalement due à la polymérisation thermique des chaînes grasses insaturées (*GRANDGIRARD et al., 1987*).

L'augmentation de l'indice d'iode, observée dans notre étude, pourrait être due aux erreurs de manipulation, les conditions d'expérimentation au sein du laboratoire, comme l'utilisation de la solution d'iode alcoolique (0.2N) au lieu du réactif de Wijs qui est plus spécifique.

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à un facteur à savoir le temps de chauffage. Elle montre une probabilité inférieure à 0.001, (p value=0,00044), ce qui signifie que l'indice d'iode varie d'une façon très hautement significative en fonction du temps de chauffage. Le test de NEWMANKEULS au seuil de signification de 5% fait apparaître quatre groupes homogènes A, B, C et D illustrés dans l'*annexe 10*.

II.3. Evolution des indices physiques

II.3.1. Densité

La masse volumique est désignée souvent par l'appellation « densité ». Selon *KARLESKIND, (1992)*, la densité d'une huile renseigne sur le groupe systématique auquel elle appartient. La densité d'une huile est influencée par sa composition intrinsèque, la longueur de la chaîne hydrocarbonée ainsi que l'insaturation de ses AG constitutifs.

La densité de l'huile est fonction non seulement de l'insaturation, mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation. Elle dépend de sa température et sa composition chimique.

Les résultats (moyenne de trois répétitions) de l'évaluation de la densité au cours de chauffage sont portés dans la (Figure 42)

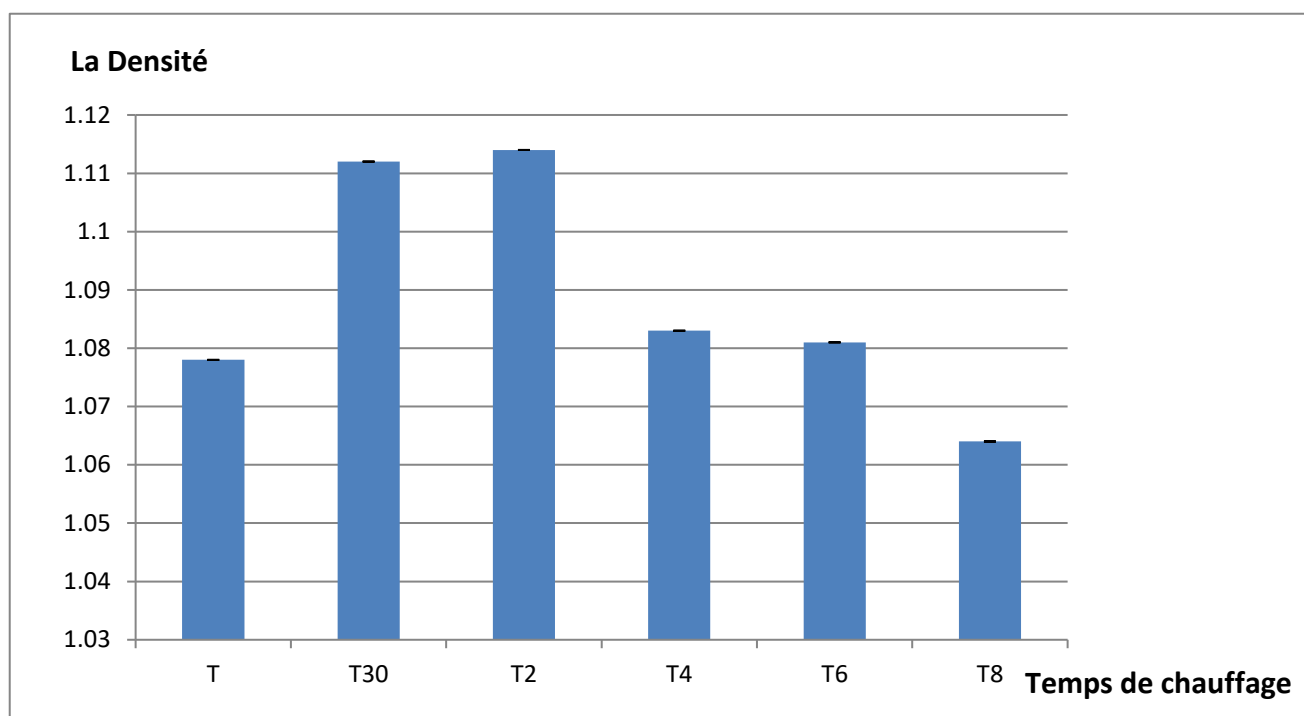


Figure 42: Évolution de la densité de l'huile en fonction du temps de chauffage.

Selon la Norme algérienne, la densité relative à 20°C de l'huile de soja est entre 0.919 et 1.470. On observe que la densité de l'huile étudiée à l'état frais est de 1.078 donc elle est conforme à cette norme.

D'après les résultats illustrés par la *figure 42*, on remarque d'abord une augmentation de la densité après 2 heures de chauffage (1,114) par rapport à la valeur enregistrée sur l'huile à l'état frais, avant le chauffage (1.078). Selon *EL-CHAMI et al., (1992)*, l'augmentation de cet indice est due principalement à la polymérisation thermique et à la formation de composés de haut poids moléculaire (polymères) lors du processus thermo-oxydatif.

Selon *DOBARGANES et al., (1996)* ; *KALOGIANNI et al., (2009)*, au cours de la friture et le chauffage des produits, ils se forment des composés de poids moléculaire plus

élevé par rapport aux triglycérides contenus initialement dans l'huile fraîche ; ces produits sont générés des réactions de polymérisation et d'oxydation.

Les résultats obtenus après 4 heures de chauffage (1.083), 6h (1.081) et 8h (1.064) montrent que la densité des échantillons de cette huile 100% soja diminue au cours de l'analyse. Selon *EL SHAMI et al., (1992)*, la diminution de la densité serait due à la formation d'AGL de faible poids moléculaire par hydrolyse suite à l'augmentation de la teneur en eau ; elle serait également due à la formation des composés primaires d'oxydation aux chaînes plus au moins courtes.

Les valeurs de la densité obtenues dans notre expérimentation sont plus élevées que celles obtenues par *GUETTAR et HAMOUNI, (2015)* qui ont travaillé sur la même marque d'huile (Elio) mixte (coupage des huiles de soja et tournesol) ; les valeurs enregistrées sont comprises entre 0.933 et 0.944 respectivement.

Nos résultats sont aussi plus élevés que ceux obtenus par *HAMRANI et NAIT AMERI, (2014)* ; ces derniers ont noté des valeurs de 0,849 et 0,858.

La valeur élevée de la densité de l'huile analysée dans cette étude peut être due à la teneur élevée de cette huile en AGI, ce qui aurait favorisé sa sensibilité à la thermo-oxydation. Selon *FORMO et al., (1979)*, les différences de densités des huiles fraîches sont dues à des différences dans leurs compositions.

En effet, ce critère physique est en fonction de la composition chimique de cette huile et de sa température (*KARLESKIND, 1992*).

II.3.2. Viscosité

La viscosité d'une huile est sa résistance à son écoulement. La mesure de la viscosité pourrait être un bon test pour apprécier l'état d'altération des corps gras. Au cours des fritures, l'augmentation de la viscosité peut atteindre 20 à 70% de la valeur initiale selon le type d'huile utilisée (*PERRIN, 1992*).

Les résultats (moyenne de trois répétitions) obtenus dans notre étude sont groupés dans le (*Figure 43*).

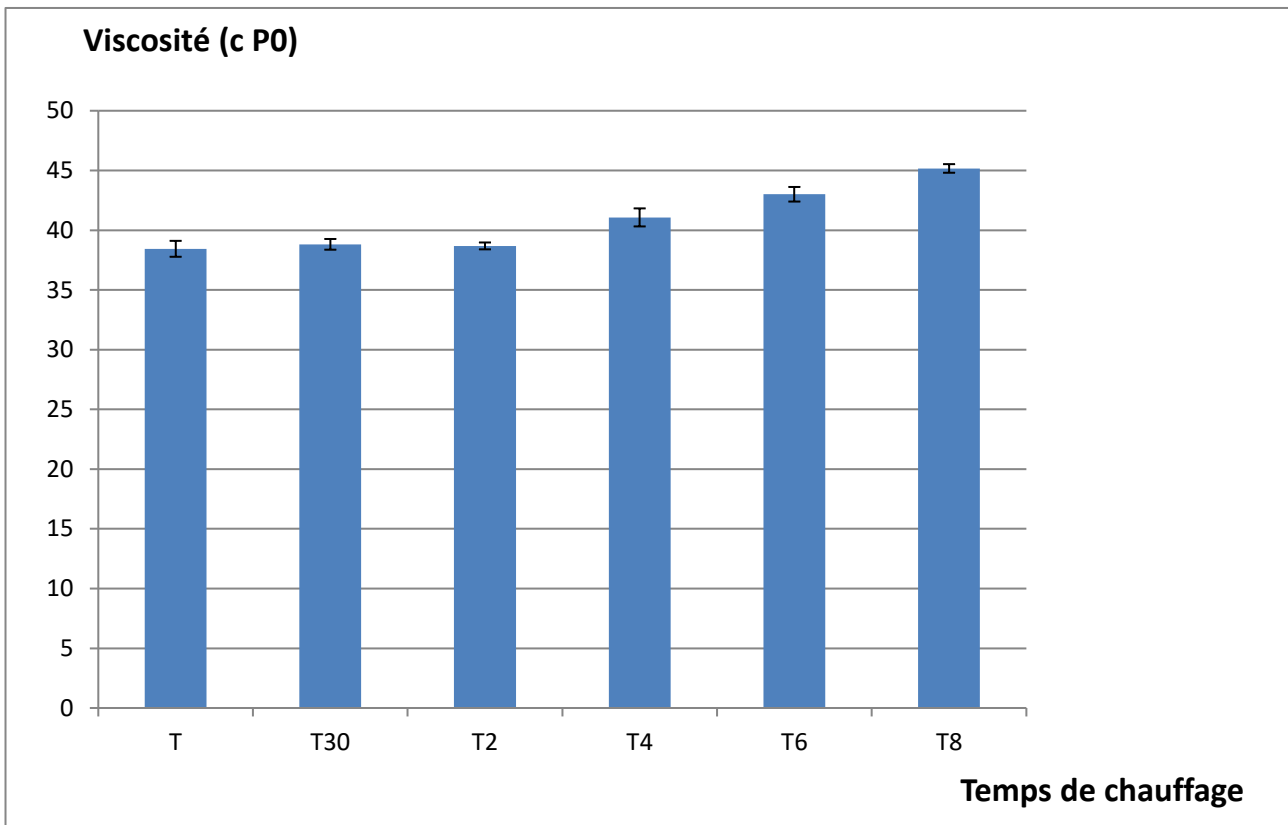


Figure 43 : Évolution de la viscosité en fonction du temps de chauffage.

Il ressort de notre étude une augmentation de la viscosité de l'huile étudiée. A l'état frais, cette viscosité est de 38.44, alors que celle après 8h de chauffage est de 45.17.

Selon *OLLE, (1998)*, l'accroissement de la viscosité de l'huile au cours des fritures répétées serait dû à la formation des composés secondaires non volatiles de haut poids moléculaire (les polymères) ; cette augmentation de la viscosité confère à l'huile une consistance sirupeuse.

L'augmentation de la viscosité d'huile analysée dans notre étude, semble en être logique du fait du déroulement de nombreuses réactions de détérioration catalysées par la température appliquée et de l'oxygène de l'air ambiant.

Les valeurs obtenues sont moins élevées que celles obtenues par *HAMRANI et NAIT AMER, (2014)* ; ils ont noté des valeurs de 44.040 et 47.495 respectivement lors de la 1^{ère} et la 10^{ème} friture. Cette différence est peut-être due d'une part à l'incorporation d'aliment (pomme de terre) dans le bain de friture, ce qui provoque l'augmentation de l'humidité de l'huile et favorise les réactions de détérioration et la formation des composés secondaires non volatiles de haut poids moléculaire (les polymères) et d'autre part à la nature de l'huile utilisée «

fleurial », qui est 100% tournesol. La polymérisation est, en effet, plus favorisée dans les huiles les plus insaturées (100% tournesol).

L'analyse de la variance à un facteur (temps de chauffage) des résultats de la viscosité montre une probabilité inférieure à 0.001, (p value=0), ce qui signifie une différence très hautement significative en fonction de temps de chauffage. Le test de NEWMAN KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaître quatre groupes homogènes A, B, C et D (*Annexe 11*).

II.3.3. Extinction spécifique à 232nm et 270 nm

Selon YADAV *et al*, (2004), tous les CG contiennent des époxydes et des hydroperoxydes en quantité plus ou moins importantes. Les réactions d'isomérisation aboutissent à la formation des diènes et des triènes conjugués qui absorbent la lumière dans le domaine UV entre 225 et 280nm.

En effet, les CD, produits primaires d'oxydation des AGPI (C18 : 2 ω 6 et C18 :3 ω 3) se forment par réarrangement des doubles liaisons du radical alkyle des AGPI ; lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée, tel que l'hydro-peroxyde linoléique, ces CD absorbent la lumière au voisinage de 232nm. Les CT (cas des AGPI à trois doubles liaisons) et les produits secondaires d'oxydation, tels que les aldéhydes et cétones α -insaturés, absorbent la lumière vers 270nm (*NEHDI, 2011*).

L'absorbance en UV à 232 et à 270nm, permet de mettre en évidence respectivement la présence des formes diènes conjuguées, qui apparaissent sur les AG comportant au moins deux double liaisons, consécutivement au phénomène de métamérie lors de la formation des peroxydes et les produits secondaires d'oxydation (aldéhydes et cétones) (*JUDDE, 2004*).

Ainsi, la détermination des absorbances aux voisinages de 232nm et 270nm permet de détecter et d'évaluer les quantités des produits d'oxydation : plus l'extinction à $\lambda=232$ nm est forte, plus l'huile est peroxydée. De même plus l'extinction à $\lambda=270$ nm est forte, plus cette huile est riche en produits secondaires d'oxydation et traduit une faible aptitude à la conservation (*WOLFF, 1968*).

Les résultats (moyenne de trois répétitions) de l'évaluation l'absorbance à 232nm et 270nm au cours de chauffage sont illustrés par la *figure 44*.

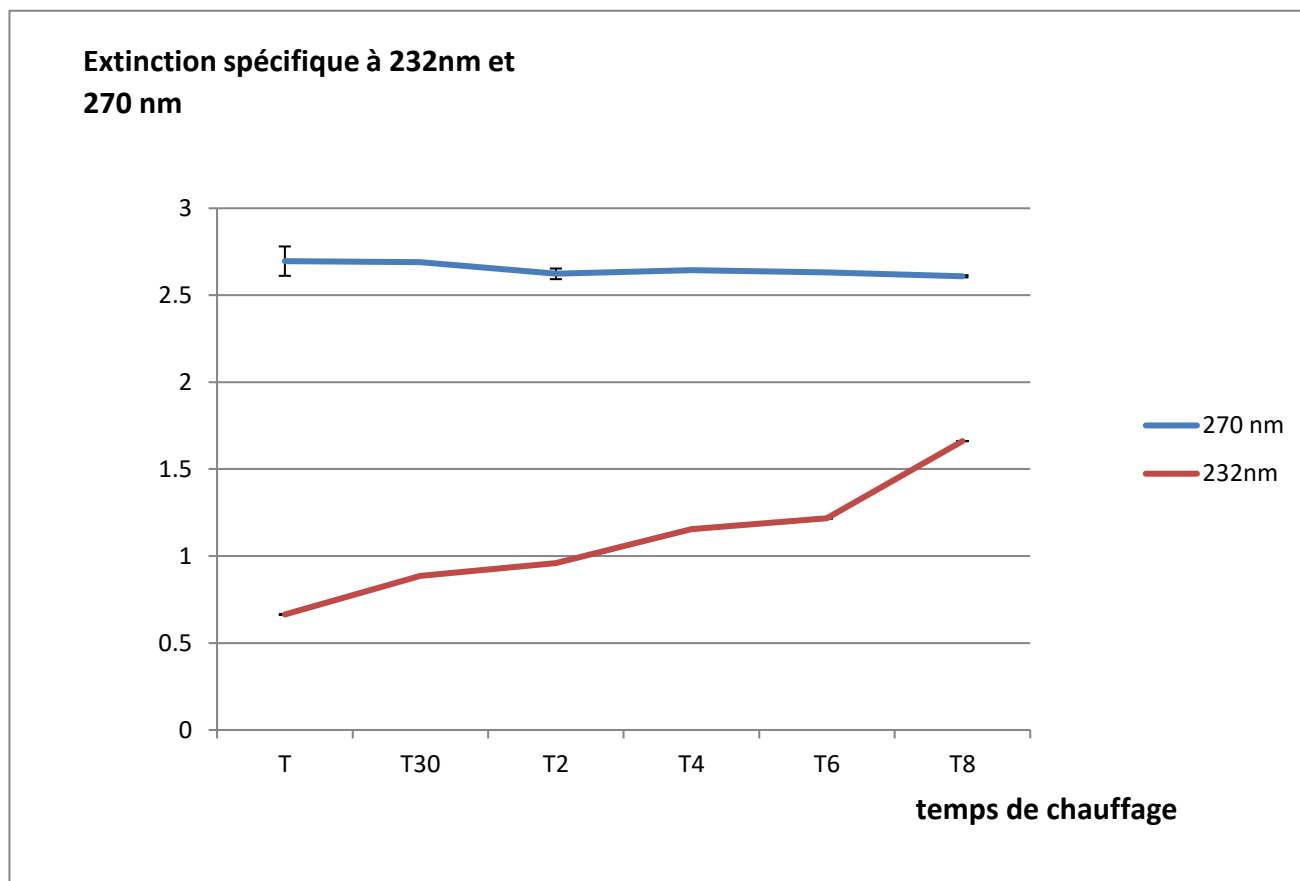


Figure 44: Evolution de l'extinction spécifique à 232nm et 270 nm.

III.3.3.1. Extinction spécifique à 232nm

Les valeurs de l'extinction à 232 nm augmentent de 0.664 pour l'huile à l'état frais jusqu'à 1.661 après 8 heures de chauffage. Selon *POKORNY, (2003)*, l'augmentation de l'extinction à 232nm peut s'expliquer par la formation des hydro-péroxydes durant la phase de propagation (2^{ème} étape de l'auto-oxydation)

Les résultats de l'indice de peroxyde (*Figure 41*) montrent une augmentation continue durant le traitement thermique, ce qui confirme les résultats d'absorbance à 232nm.

L'analyse de la variance des résultats de l'extinction spécifique à 232nm montre une probabilité inférieure à 0.001, (p value=0), ce qui signifie une différence très hautement significative en fonction de temps de chauffage. Le test de NEWMAN KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaître six groupes homogènes A, B, C, D, E et F (*Annexe 12*).

III.3.3.2. Extinction spécifique à 270nm

Les triènes conjugués (dans le cas de la présence d'acides gras à trois doubles liaisons) et les produits secondaires d'oxydation, tels que les aldéhydes et cétones α -insaturés, absorbent la lumière vers 270 nm. Plus l'extinction à 270nm est forte, plus l'huile est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit sa faible aptitude à la conservation (WOLFF, 1968).

Les valeurs de l'extinction à 270 nm diminuent de 2.696 pour l'huile à l'état frais jusqu'à 2.609 après 8 heures de chauffage. Cette faible diminution de l'extinction à 270nm correspond peut-être à une évaporation partielle des produits secondaires.

Selon CRAPISTE *et al.*, (1999) suggèrent que l'augmentation de la température d'oxydation entraîne la décomposition des hydro-péroxydes et par voie de conséquence une diminution de l'IP. En revanche, il se forme des produits secondaires d'oxydation, tels que les aldéhydes, les cétones.

Donc, l'augmentation continue de l'indice de peroxyde (Figure 41) durant le traitement thermique confirme la diminution d'absorbance à 270nm qui est relative aux produits secondaires d'oxydation.

L'analyse de la variance a un facteur des résultats de l'extinction spécifique à 270nm montre une probabilité inférieure à 0.05, (p value=0.011), ce qui signifie une différence significative en fonction de temps de chauffage. Le test de NEWMAN KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaître deux groupes homogènes A et B (Annexe 13).

II.3.4. Humidité

Selon les normes fixées par le *Codex alimentarius de 1992*, les huiles raffinées fraîches ne doivent pas contenir de traces d'eau. Lors du traitement technologique, notamment à l'étape de désodorisation, l'humidité contenue dans l'huile brute est éliminée.

Les résultats (moyenne de deux répétitions) obtenus dans notre étude sont groupés dans la figure 45.

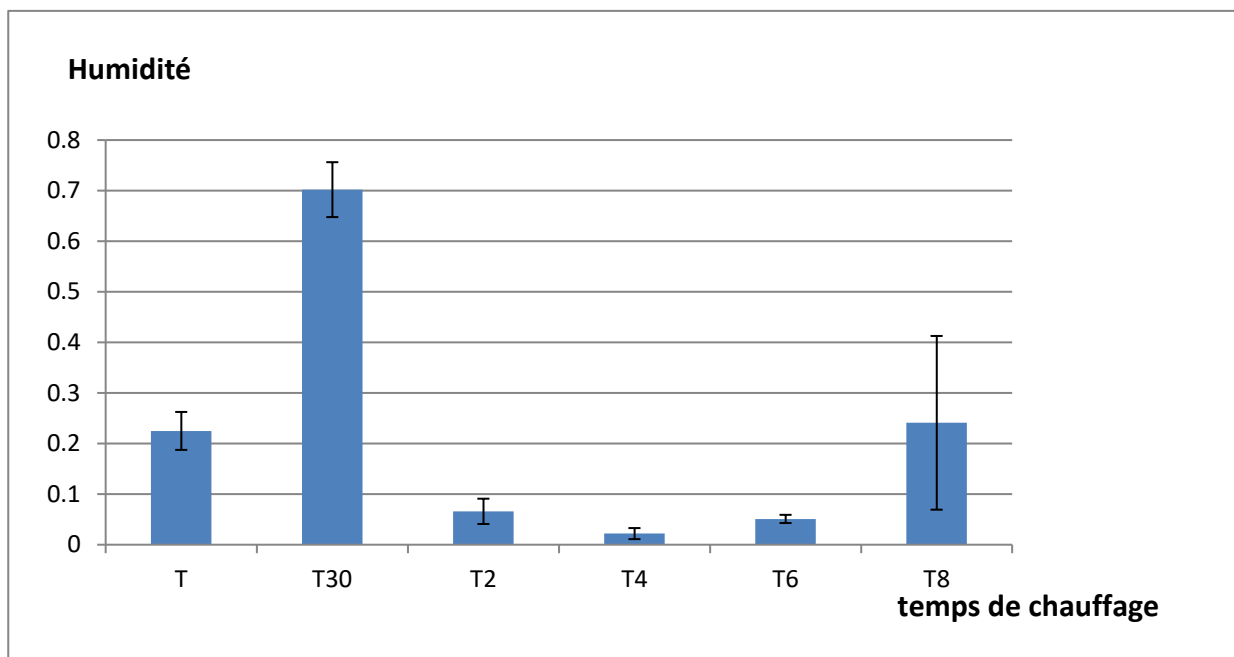


Figure 45: Évolution de l'humidité de l'huile en fonction du temps de chauffage.

Après 8 heures de traitement thermique, une augmentation de l'humidité des échantillons de l'huile chauffée par rapport à l'huile fraîche a été enregistrée. Cette humidification pourrait être due à la formation d'eau et des matières volatiles au cours des réactions thermo-oxydatives, se produisant lors du processus de chauffage mené à 180°C. En effet, l'eau et le CO₂ constituent les produits terminaux de la décomposition des hydroperoxydes.

Nos résultats après 8h de traitement thermique sont beaucoup plus élevés par rapport aux résultats obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER, (2014)* ayant travaillé sur une l'huile « fleurial » 100% tournesol ; ces derniers ont noté des valeurs de 0.052 et 0.059. Nos résultats sont aussi élevés que ceux trouvés par *GUETTAR et HAMOUNI, (2015)* qui ont enregistré une valeur de 0.002. Cela peut être dû à la différence des huiles utilisées et aussi à la fiabilité des spectrophotomètres utilisés dans ces mesures.

L'analyse de la variance à un facteur des résultats de l'humidité (*Annexe 14*) montre une probabilité supérieure à 0.05, (p value=0.006), ce qui signifie une différence hautement significative en fonction du temps de chauffage. Le test de NEWMAN KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaître deux groupes homogènes A et B (*Annexe 14*).

Conclusion

Conclusion

L'objectif de cette thématique consiste à évaluer l'effet du traitement thermo-oxydatif sur le niveau d'altération d'une huile végétale raffinée 100% soja de marque « elio » en fonction du temps de traitement thermique. Cette huile a été chauffée en continue pendant 8 heures dans une friteuse électrique maintenue ouverte, à une température de 180°C sans incorporation d'aliments.

Les échantillons d'huile chauffée ont été prélevés après 30 minutes, 2 heures, 4 heures, 6 heures et 8 heures. Ces échantillons ont fait l'objet de diverses analyses afin de déterminer l'évolution de leurs degrés d'altération physico-chimique et organoleptique.

L'évolution, comparative, de la thermo-oxydation de cette huile est suivie par la mesure d'un certain nombre d'indices physico-chimiques : l'indice de peroxyde, l'indice d'acidité, l'indice d'iode, la densité, la viscosité, l'extinction spécifique à 232nm et à 270nm, la teneur en eau et en matières volatiles.

Les résultats obtenus ont révélé plusieurs modifications dans les caractéristiques de l'huile traitée thermiquement en fonction du temps de chauffage. Celles-ci sont dues à l'action combinée de la chaleur appliquée et de l'oxygène ambiant.

L'indice de peroxyde augmente continuellement avec l'augmentation du temps de chauffage. Cela est dû à la formation des produits primaires d'oxydation à faible poids moléculaire, qui ont contribué à la diminution de la viscosité de l'huile aux premières heures du traitement thermique, soit pendant 4 heures de chauffage.

Le fait marquant de cette étude est l'accumulation des hydro-peroxydes dans l'huile ; ces composés sont, pourtant, sensibles aux températures élevées ; ils se transforment en produits secondaires d'oxydation. Cela est confirmé par l'augmentation de l'extinction spécifique à 232nm relative à la formation des produits primaire d'oxydation et aussi par la diminution de l'extinction spécifique à 270nm qui représente le taux des produits secondaires d'oxydation. Ceci justifie la légère modification de l'aspect organoleptique de l'huile chauffée. Les composés secondaires d'oxydation sont, pour rappel, suspectés d'être toxiques pour le consommateur.

La vitamine E contenue dans l'huile à l'état frais pourrait être à l'origine de l'inhibition de bon nombre de réactions d'altération ; cet antioxydant aurait brisé la chaîne d'oxydation de l'acide linoléique grâce à la stabilisation des radicaux libres.

Le chauffage d'une huile à une température élevée peut rapidement l'altérer et devient impropre à la consommation. Afin de préserver la santé du consommateur, il est plus que nécessaire de respecter vigoureusement les recommandations pratiques de friture citées dans

divers manuels des corps gras, comme par exemple : le respect de la température qui ne doit pas dépasser 180°C, éviter l'utilisation d'une même huile pour plusieurs fritures.

Références bibliographiques

ADAM SK, DAS S, OTHMAN F, JAARIN K. (2009). Fresh soy oil protects against vascular changes in an estrogen-deficient rat model: an electron microscopy study. *Clinics (Sao Paulo)*. 64(11):1113-9. doi: 10.1590/S1807-59322009001100012. PMID: 19936186; PMCID: PMC2780529.

ADRIAN J, DAN VILLIER P, POTUS J. (1998). Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaire. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. p : 47 – 171.

ALAIS C, LINDEN G. (1997) Lipides, vitamines in *Abrégé de biochimie alimentaire*. Ed Masson, Paris : 70p, 112p.

ALIAS C, LINDEN G , MICLO L. (2003). *Biochimie alimentaire*. 5eme Edition de l'abrégé. Edition : Dunod, Paris.

ALTON. (1992) J: Les industries des corps gras,

ANONYME. (2006). Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive, COI/T.15/NC n° 2/Rév. 10.

ARNE V AST, RICHARD B, THOMAS B, PHILIP C, MICHAEL A, ALAN D, WILLIAM T, IBRAHIM E, CLAUDIO G, MARIETTE G, C. J. HENRY, MARGIT K, ALEXANDRE L, EDWARD L, JODY M, DARIUSH M, W. M. NIMAL R, T.A.B. SANDERS, ANDREW J. S, C. MURRAY SKEAFF, PHD, LIESBETH A. S, RICARDO U, PETRO W, WALTER W. (2014). Graisses et acides gras dans la nutrition humaine, Rapport d'une consultation d'experts, FAO, Rome, p 1-50.

ASIEDU J. (1991). La transformation des produits agricoles en zone tropicale: approche technologique: KARTHALA Editions.

BAKHOUCHE A et BELKEBLA N. (2013) Etude comparative de deux procédés de raffinage chimique et enzymatique d'huile de soja au niveau de la raffinerie d'huile "CEVITAL" spa, mémoire de master. p18.

BAUCHART D, LEGAY-CARMIER F, JOUANY JP, MICHALET-DOREAU B, DOREAU, M (1998). Effets de l'addition de palmitostéarine ou d'huile de soja sur les protozoaires du rumen chez la vache laitière et chez le mouton [Effects of addition of palmitostearin or soybean oil on the protozoa in the rumen of dairy cows and sheep]. *Reprod Nutr Dev.*;28 Suppl 1:85-6. French. PMID: 3254604.

BENYOUB O, IFRI Y. (2013). Contrôle des paramètres physico-chimiques des deux huiles soja et tournesol Chimiquement raffinées, mémoire de master, p24, université Abderrahmane mira de Bejaïa. Algérie.

BERRADA S. (2009). Les lipides : structure, propriétés et applications technologiques. Académie de Montpellier, 5p. PLP Biotechnologies SE Lycée Simone WEIL Académie de MONTPELLIER Académie de DIJON.

BRISSON G J. (1982) : In : « Corps gras alimentaires et autres composés lipidiques : La signification des mots ». Lipides et nutrition humaine. Ed : Les presses de l'université Laval. P 10-12.

CASIMIRO-SORIGUER J L. (1999). Désodorisation des graisses végétales. *American Soybean Association*: 1-49.

CHEFTEL J-C. et CHEFTEL H. (1992). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Volume 1. Ed. Tec et doc. Lavoisier. pp: 243-267.

CHOE E & MIN D B. (2006). « Mechanisms and Factors for Edible Oil Oxidation ». *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* 5 (4): 169-86.

CHOE E & MIN D B. (2009). « Mechanisms of Antioxidants in the Oxidation of Foods ». *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* 8 (4): 345-58.

CLARK W T AND SERBIA G W. (1991) Safety Aspects of Frying Fats and Oils. *Food Technol.*, 45: 84-89, 94.

CODEX ALIMENTARIUS (1993). Graisses, huiles et produits dérivés (Vol. 8): FAO/OMS.

CONSTANTIN B. (2000). Les lipides. Ecole polytechnique fédérale, Leusane. pp : 138 – 144.

CORONGIU F P. BANNI S et LESTER P. (1994). Detection of conjugated dienes by second derivative ultraviolet spectrophotometry. In: *Methods in Enzymology*. Academic Press, pp: 303– 310.

COSSUT J, DEFRENNE B, DESMEDT C, HUMBERT S, VANUXEEM M. (2002). Les corps gras: Entre Tradition et Modernité. Projet dans le cadre du DESS QUALIMAPA. Institut agroalimentaire de Lille.

COUET C. (1998). Les lipides, l'unité de recherche associée université de Tours-Inra (UPRES-EA 2103). groupe Lipides et Cancer du Laboratoire de nutrition et sécurité alimentaire (LNSA), sous la direction scientifique. 60p .

CRAPISTE GH, BREVEDAN MIV and CARELLI AA. (1999). Oxidation of Sunflower Oil During Storage. *JAOCS*, 76, 1437-1443.

DEBRUYNE I. (2001). Journal Article, American Soybean Association (Etats Unis) Soybean: processing and industrial aspects. *Techniques de l'Ingénieur. Agroalimentaire*. 18 p. ISSN : 1282-9064.

DECKER E A. (2002). « Antioxidant Mechanisms ». In *Food Lipids : Chemistry, Nutrition, and Biotechnology. Food Science and Technology*, edited by Akoh C. C., & Min D. B., Marcel Dekker, Inc, New York : 517-542.

DENISE J. (1992). raffinage des corps gras. In : *Manuel des cors gras. Tome 2. Edition Technologique et documentation*, Lavoisier, Paris. pp.789-842.

AZURCHER K. (2000). Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. In : *Manuel suisse des denrées alimentaires*. Edition : Martin, Genève.

DOBARGANES M C et MARQUEZ-RUIZ G. (1996). Dimeric and higher oligomeric triglycerides. In: Perkins, E.G., Erickson, M.D. (Eds.), *Deep frying. Chemistry, Nutrition and Practical Applications*. AOCS Press, Illinois, pp : 89 – 111.

DRIDI W. (2016), influence de la formulation sur l'oxydation des huiles végétales en émulsion eau-dans-huile, thèse en cotutelle présentée pour obtenir le grade de docteur, de l'université de bordeaux et de l'université de carthage.

DRUMMOND D C, NOBLE C O, HAYES M E, PARK J W, KIRPOTIN D B J PHARM SCI. (2008), Pharmacocinétique et in vivo taux de libération de médicaments dans le développement de nanotransporteurs liposomaux. Volume 97, Issue 11, p 4696-4740.

DUPIN H, CUQ J L, MALEWIAK M-L, LEYNAUD-RAUAUD, BERTHIER A-M (1992). "Alimentation et nutrition humaines," ESF éditeur paris france. p1533.

DURAND G, PASCAL G, GOUNELLE DE PONTANEL H. Traitement de l'hypercholestérolémie chez le rat male par introduction dans la ration d'huile de soja supplémentée ou non par de l'huile de sardine [Treatment of hypercholesterolemia in the male rat by introduction of soya oil supplemented or not with sardine oil in the diet]. *Ann Nutr Aliment.* 1979;33(5):687-706. French. PMID: 575939.

EL- SHAMI S M, ZAKI SELEM I, EL- ANMAR I M et EL-MALLAH H. (1992). Dielectric properties for monitoring the quality of heated oil. *Journal of the American oil chemists society.* vol 69, issue 9. P872-875.

ELMADFA I & KORNSTEINER M. (2009). Fats and fatty acid requirements for adults. *Public Health Nutr.*, 55: 56-75.

ERICKSON M C. (2002). « Lipid Oxidation of Muscle Foods ». In *Food Lipids : Chemistry, Nutrition, and Biotechnology. Food Science and Technology*, edited by Akoh C. C., & Min D. B., Marcel Dekker, Inc, New York : 365-411.

FAHY, E., SUBRAMANIAM, S., BROWN, A.H., GLASS, C.K., MERRIL JR., A.H., MURPHY, R.C., RAETZ, C.R.H., RUSSELL, D.W., SEYAMA, Y., SHAW, W., SHIMIZU, T., SPENER, F., VAN MEER, G., VANNIEUWENHZE, M.S., WHITE, S.H., WITZTUM, J.L. & DENNIS, E.A. (2005). A comprehensive classification system for lipids. *J. Lipid Res.*, 46: 839-861.

FAO(2014). Graisses et acides gras dans la nutrition humaine, Rapport d'une consultation d'experts. Genève. P23.

FORMO M W, JUGERMANN E, NORRIS F A et SONNTAG N O V. (1979). Physical properties of fats and fatty acids, 4^{ème} édition : Swern, D. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*, vol. 1 John Wiley and Sons, New York, pp : 177 – 232.

FRANÇOIS MENDY. (2016), Un regard passionné sur les lipides ou matières grasses, France, pages 14-20.

FRANÇOIS R. (1974) Les industries des corps gras : Biochimie, Extraction ; Raffinage et nuisance et réglementation. Ed. Lavoisier. Paris.

FRANÇOIS R. (1974). Les industries des corps gras. Ed Tec et Doc, Lavoisier, Paris. pp 431.

FRANKEL E N (2012). « Chapter 8 - Control of oxidation ». In Lipid Oxidation, edited by Frankel E. N., Oily Press Lipid Library Series. Woodhead Publishing, Cambridge : 187-208.

FREDOT E. (2005). Connaissance des aliments : base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.

FRENOT M et VIERLING E. (2001) Biochimie des aliments. Diététique du sujet bien portant. Ed : Doin éditeurs, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine. Bordeaux. P297.

FRENOT M ET VIERLING E. (2001) : Biochimie des aliments : diététiques des sujets bien portants. éd. 2.CRDP. France, 88p.

GERTZ C. (2008).Optimum deep frying, from the Food Industries Association of Austria, F.I.A.A. from June. pp: 125 – 135.

GORDON M H. (1990). « The Mechanism of Antioxidant Action in Vitro ». In Food Antioxidants, edited by Hudson B. J. F., Elsevier Applied Food Science Series, London & New York : 1-18.

GRAILLE J. (2003). "Lipides et corps gras alimentaires,". Collection science et techniques agro-alimentaire. Editions Tec & Doc. Paris.p469.

GRANDGIRRAD A et JULLIARD F. (1987). Preparation of. Geometrical Isomers of Linolenic Acid. Journal of the American Oil. 375 pages Rev. Fse, (34). pp : 213 – 219

GRAY J. (1978). Measurement of lipid oxidation. Journal of the American oil chemist's Society. Vol. 55 (6), pp: 539 – 546.

GRECHKIN A. (1998). « Recent developments in biochemistry of the plant lipoxygenase pathway ». Progress in Lipid Research 37 (5): 317-52.

GUETTAR T et HAMOUNI Z. (2015).effet de l'augmentation du nombre de friture sur la stabilité de l'huile « elio ». Mémoire d'ingénieur d'état. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.

GUPTA M K. (2005). Frying oils. Bailey's industrial oil and fat products.6ème édition. John Wiley & Sons, Inc. pp : 1 – 23.

HAMOUCHE T et SANAT T. (2015), evaluation de la stabilité de l'huile « elio » au cours des fritures répétées avec incorporation de l'huile fraîche. Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.

HAMRANI S et NAIT AMER K. (2014). Effet de l'incorporation de l'huile fraîche sur la stabilité de l'huile "fleurial" au cours des fritures répétées. Mémoire de Master. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.

HENRICH S H. (2009). La surprenante diversité des aspects du diabète liés au genre, *Diabetes voice*, 54: 3.

HSIEH R. J & KINSELLA J E. (1989). « Oxidation of Polyunsaturated Fatty Acids : Mechanisms, Products, and Inhibition with Emphasis on Fish ». In *Advances in Food and Nutrition Research*, edited by Kinsella J. E., Academic Press. 33: 233-341.

HULTIN H O (1994). « Oxidation of Lipids in Seafoods ». In *Seafoods : Chemistry, Processing Technology and Quality*, edited by Shahidi F., & Richard Botta J. R., Springer Science+Business Media, Surrey : 49-74.

HYMOWITZ T, NEWELL C A. (1981). Taxonomy of the Genus *Glycine*, Domestication and Uses of Soybeans. *Economic Botany*. New York Botanical Garden. Vol. 35.n°3 , 274p.

IMA-NIRWANA S, AHMAD SN, YEE LJ, LOH HC, YEW SF, NORAZLINA M, ABDUL MT, KAMSI AH J. (2007). Reheating of soy oil is detrimental to bone metabolism in oestrogen deficient rats. *Singapore Med J*. Mar;48(3):200-6. PMID: 17342287.

INNAWONG B, MALLIKARJUNAN P, IRUDAYARAJ J, & MARCY J E. (2004). The determination of frying oil quality using Fourier transform infrared attenuated total reflectance. *LWT-Food Science and Technology*, 37(1), 23-28.

JEANTET R., BRULE G., CROGUENNEC T. et SCHUCK P. (2006). *Science des aliments : Biochimie – Microbiologie – procédé – produit*. Tome 1. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 95-120.

JUDDE A. (2004). Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : Mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants, pour quelles applications. *OCL*, n° 6, vol.11, pp : 414 – 418

JUDDE A. (2004). Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : Mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants, pour quelles applications. OCL, n° 6, vol.11, pp : 414 – 418.

K. BENSEGHIER et O. KHAMED. (2014). 'Huiles Alimentaire de graines Pinus pinea Extraction et Caractérisation physique-chimique' mémoire fin d'étude université de Ouargla.

KALOGIANNI E.P, KARASTOGIANNIDOU C, et KARAPANTSIOS T D. (2009). Effect of presence and absence of potatoes under repeated frying conditions on the composition of palm oil. Journal of the American Oil Chemists' Society 86 (6), pp : 561 – 571.

KARLESKIND A. (1992). T1. Principaux constituants chimiques des corps gras. Ed Lavoisier : 95p, 358p.

KARLESKIND A., (1992) : Manuel des corps gras. Edition : Lavoisier Tec et Doc, Tome 1 et 2, Paris, 1992.

KARLESKIND A and GRAS A F P L É. D C. (1992). "Manuel des corps gras: sous l'égide de l'Association Française pour l'Etude des Corps Gras," Technique et Documentation. Lavoisier.

KARTIKA I A (2005). Nouveau procédé de fractionnement des grains de tournesol: expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse: 333p.

KECILI A et TRACHE M. (2014). Etude comparative de la stabilité oxydative de cinq huiles de tables au cours des fritures répétées. Mémoire d'ingénieur en agronomie. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou. Algérie

KHELIFA C et AMARI S. (2017). Effet du traitement thermique sur la stabilité de trois huiles raffinées : « Elio », « LaBelle » et « Oléor ».mémoire de master, université de Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.

KLEIN R.A. (1970). The detection of oxidation in liposome preparations. Biochemistry and Biophysic Acta.210, pp: 486– 489.

KPOVIESSI D S, GEORGE C, ACCROMBESSI, KOCHOOH C, MOHAMED M, SOUMANAU et MOUDACHIROU M. (2004). Propriétés physicochimiques et compositions de l'huile non conventionnelle de pourghère (jatropha-curca) de différentes régions du Benin, (7).pp : 1007 – 1012.

KUHN H. (2000). « Structural Basis for the Positional Specificity of Lipoxygenases ». Prostaglandins & Other Lipid Mediators 62 (3): 255-70.

KUHN H & THIELE B J. (1999). « The diversity of the lipoxygenase family: Many sequence data but little information on biological significance ». FEBS Letters 449 (1): 7-11.

LABUZA T P & DUGAN L R. (1971). « Kinetics of lipid oxidation in foods ». C R C Critical Reviews in Food Technology 2 (3): 355-405.

LACOSTEF LECHATH, PAGES X, ARNAUDJ N, BRENNE E, SOULET B, CAMISULI B, BIROT C, FAZEUILH S, et ESCABASSE J. (2005). Itegr, Institut des Corps Gras, Rue Monge, 33600 Pessac, France .Contrôle des composés indésirables dans les huiles végétales et mise en place d'observatoires ,374p.

LAISNEY, J. (1992). Obtention des corps gras. *In* Manuel des corps gras. Volume 1. Ed. Tec et doc. Lavoisier. pp: 695-768.

LAMBERT, J. (2005.). les huiles végétales:2000 plantes oléagineuses répertoriées .institut français des huiles végétales pures. p.17.

LANDY P. (1938).Le commerce et l'industrie du soja. In « Annales de Géographie ». Tome 47. n°265, 9p.

LECERF J M & FRESSIN C. (1995). L'intérêt nutritionnel du soja. Nutrition clinique et métabolisme, 9(3), 137-144.

LYNEN F and S OCHOA (1953). "Enzymes of fatty acid metabolism." Biochim Biophys Acta 12(1-2): 299-314.

M. FRENOT et E. VIERLING. (2001). Biochimie des aliments. Ed : Doin éditeurs, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine. Bordeaux..

MALASSIS L. (1988). Histoire de l'agriculture, histoire de l'alimentation, histoire générale. Économie rurale, 184: 192-198.

MASSON O. (2002). Biochimie : Les bases biochimiques de la diététique. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.

MEGHENEZ N, M ZAID M, (2013). Evaluation des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja à l'état brut et raffiné, après friture avec et sans sel. Etude réalisée à CO.G.B La belle, page 4.

MIN D B, & BOFF J M. (2002). « Lipid Oxidation of Edible Oil ». In Food Lipids : Chemistry, Nutrition, and Biotechnology. Food Science and Technology, edited by Akoh C. C., & Min D. B., Marcel Dekker, Inc, New York : 353-364

MOHTADJI-LAMBALLAIS C. (1989). Les aliments. Ed. Maloine. pp: 94-102.

MORIN O, PAGES X. (2002). Industries des corps gras .In Multon J.L. Additifs et auxiliaires de fabrication dans l'industrie agroalimentaires. Ed .3. technique et documentation ,Paris .chapitre27.

MOUNIE J, FAYE B, GOUDONNET H, MAGDALOU J, CHAMPION L, ESCOUSSE A, SIEST G, TRUCHOT RC. (1998). Ingestion d'huile de soja époxydée. Effet sur les monooxygénases, l'époxyde hydrolase et les activités UDP glucuronosyltransférases des microsomes hépatiques chez le rat [Ingestion of soybean epoxide oil. Effects on monooxygenases, epoxide hydrolase and activities of UDP glucuronosyltransferases in hepatic microsomes of the rat]. C R Seances Soc Biol Fil. ;182(1):105-17. French. PMID: 2972340.

MUNDAY M R. (2002). "Regulation of mammalian acetyl-CoA carboxylase." Biochem Soc Trans 30(Pt 6): 1059-64.

NDEYE A K. (2001). Etude de la composition chimique et de la qualité d'huiles végétales artisanales consommées aux SENEGAL. Thèse pour l'obtention du grade de docteur en pharmacie

NEHDI I. (2011). Characteristics chemical composition and utilisation of Albizia julibrissin seed oil. Industrial Crops and Products, vol.33, pp : 30 – 34.

NJUSSA M. (1999). Etude des propriétés physico-chimiques des huiles végétales camerounaises. Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du D.I.P.E.S.II. pp: 50.

O'BRIEN .R D. (2009). Fat and oils: formulating and processing for applications. 3 ème Edition. CRC Press, USA. pp : 43 – 47.

OLLE M. (1998). Les huiles de fritures : état de situation et aspects réglementaire. OCL. Vol 5, pp : 55-57.

- OUKILI K et SEKHSOKH S. (2011).** Asservissement/régulation du débit de la soude nécessaire à la neutralisation des grignons ou de soja .école supérieur de FES, 43p.
- PAGES X. (1994).** Dossier marché mondial des oléagineux: Les isomères 18 :1 trans dans l'alimentation des européens. *Oléagineux. Corps gras. Lipides.* 3(1): 177-178.
- PAMPEO C. (1989).** Les produits de l'évolution des hydroperoxydes. R.F.C.G., vol. 36, (7), pp : 317 – 323.
- PERRIN J L. (1992).** Analyse des corps gras, détermination de l'altération. In : Manuel des corps gras. Tome 2. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 1198-1216.
- PLATON J F. (1988).** Raffinage de l'huile de soja. *American Soybean Association* N°19: 3-30.
- POKORNY J. (2003).** Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 51.74.
- POUZET.A. (1992).** Raffinage des corps gras.II: Manuel des corps gras .Tome 1,éd tec et doc ,Lavoisier,Paris.pp.131-136.
- PRIGGE S T, BOYINGTON J C, FAIG M, DOCTOR K S, GAFFNEY B J, & AMZEL L M. (1997).** « Structure and mechanism of lipoxygenases ». *Biochimie* 79 (11): 629-36.
- PRIOR E. (2003).** Usage des corps gras alimentaires, Tec et Doc,Lavoisier,Paris.pp.171-72.
- RAHMANI M. (2007).** Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. *Les Technologies de Laboratoire* 2 : 18-21
- RASTOIN .J.L., BENABDERRAZIK E H, (2014).** Céréales et oléoprotéagineux au Maghreb. Pour un co-développement de filières territorialisées, construire la méditerranée. Division de la statistique 2013/21 août 2013 Algérie. Paris : IPEMED-Institut de Prospective Economique du monde Méditerranéen, pp 23-33.
- ROCHE, J. (2005).** Composition de la graine de tournesol (*Helianthus annuus L.*) sous l'effet conjugué des contraintes agri-environnementales et des potentiels variétaux
- ROUSSEL, M. (2006).** Les miracles du soja: Manger un peu de soja tous les jours éloigne les maladies pour toujours: Alpen Editions sam.

SADOUDI, R. (2014). These de doctorat «conséquences métaboliques de la consommation de l'huile de tournesol thermo-oxydée chez le rat blanc» Ecole nationale supérieure d'agronomie d'el harrach.

SANCHEZ-GIMENO A.C., NEGUERUELA A.I., BENITO M. et VECET R.O. (2008). Some physical changes in Aragon extra virgin olive oil during frying process. Food chemistry, (110), pp: 654 – 658.

SCHAICH, K. M. (2005). « Lipid Oxidation : Theoretical Aspects ». In Bailey's Industrial Oil and Fat Products, edited by Shahidi F., John Wiley & Sons, Inc, New Jersey : 269-354

SEMENKOVICH. C. F. (1997). "Regulation of fatty acid synthase (FAS)." Prog Lipid Res 36(1): 43-53.

SHAHIDI F & ZHONG Y. (2010). « Lipid Oxidation and Improving the Oxidative Stability ». Chemical Society Reviews 39 (11): 4067-79

SHAHIDI, F., SHUKLA, V. K. S.(1996), Nontriacylglycerol constituents of fats, oils. Nutr. Health., 7 : 1229–1231.

TAI, M. H., S. S. CHIRALA, et al. (1993). "Roles of Ser101, Asp236, and His237 in catalysis of thioesterase II and of the C-terminal region of the enzyme in its interaction with fatty acid synthase." Proc Natl Acad Sci USA 90(5): 1852-6.

TOUITOU Y. (2005). Biochimie : Structure des glucides et lipides. PCEM. Université Pierre et Marie Curie, Faculté de médecine, Paris. pp : 31-44.

TOUITOU Y. (2006). Biochimie: structure des glucides et lipides.pp.31-33-34-35.

TRACHE M et KECILI A. (2014).Etude comparative de la stabilité oxydative de cinq huiles de tables au cours des fritures répétées. Mémoire d'ingénieur en agronomie. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou. Algérie

TREMOLEIRES J. (1980) Manuel d'alimentation humaine. Tome 1 : les bases d'alimentation Ed : E.S.F. Paris. P 553

VAUGHAN J.G. and GEISSLER C.A. (2009).other oil producing plants. In Foodplants Oxford university,New York,30p

VIERLING E. (2003). Aliments et boissons : Filière et produits : 2eme édition : Doin éditeur. pp : 187-208

VINAIXA M., VERGARA A., DURAN C., LLOBET C., BADIA C., BREZMES J., VILANOVA X. et CORREIG X. (2005). Fast detection of rancidity in potato crisps using e-noses based on mass spectrometry or gas sensors. *Sensors and Actuators*, (106), pp: 67 – 75

WAKIL S. J. (1989). "Fatty acid synthase, a proficient multifunctional enzyme." *Biochemistry* 28(11): 4523-30.

WAKIL, S. J., J. K. STOOPS, et al. (1983). "Fatty acid synthesis and its regulation." *Annu Rev Biochem* 52: 537-79

WANG, K.J., LI, X.H., (2012). Phylogenetic relationships, interspecific hybridization and origin of some rare characters of wild soybean in the subgenus *Glycine soja* in China. *Genet. Resour.*(59): 1673–1685

WOLFF J.P. (1968). Dosage des produits d'oxydation. In : *Méthodes générales d'analyse*. Edition : Azoulay, Paris. pp : 259 – 266.

YADAV M.K., CHUDASAMA C.D. et JASRA R.V. (2004). Isomerisation of α -pinene using modified montmorillonite clays, *J. Mol. Catal. A Chem*, (216), pp : 51 – 59.

Annexes

I. Les modes opératoires

I.1. Les indices chimiques

Annexe 1 : Détermination de l'acidité

Réactifs

- Ethanol 96%.
- Solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol (0.1N).
- Phénolphtaléine : solution 10g/l dans l'éthanol à 96%

Matériel

- Balance analytique.
- Plaque chauffante.
- burette.

Mode opératoire

- Dissoudre une prise d'essai (2.5g) dans 25 ml d'éthanol ;
- Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine ;
- Titrer en agitant avec la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à l'apparition de la couleur rose persistante pendant 10 secondes ;
- Déterminer le volume (V) de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée.

Annexe 2 : Détermination de l'indice de peroxyde

Réactifs

- Chloroforme.
- Acide acétique.
- Iodure de potassium : solution (1ml d'eau distillée + 0.5g d'iodure de potassium) aqueuse saturée juste avant son utilisation.
- Thiosulfate de sodium : solution aqueuse 0.01N.
- Empois d'amidon : solution aqueuse à 1%, récemment préparée à partir d'amidon natif.

Matériel

- Balance analytique.
- Agitateur magnétique.

Mode opératoire

- Peser 2g d'huile dans un ballon ;
- Ajouter 10ml de chloroforme ; puis 15ml d'acide acétique ;
- Additionner 1ml d'iodure de potassium (KI) (préparée juste avant son emploi 0.5g dans 1ml)
- Boucher aussitôt le ballon ;
- Agiter le mélange pendant 1mn, le laisser à l'abri de la lumière pendant 5mn ;
- Ajouter 75ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon à 1%. La coloration bleu noirâtre apparaît ;
- Titrer l'iode libéré jusqu'à décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01N en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré, soit V ce volume ;
- Effectuer de la même façon un essai à blanc

Annexe 3 : Détermination de l'indice d'iode

Réactifs

- Thiosulfate de sodium (0.1N).
- Empois d'amidon.
- Iode alcoolique (0.2N).
- Ethanol à 96%

Matériel

- Balance analytique.
- Agitateur magnétique

Mode opératoire

- Peser 0.2g du corps gras dans un ballon
- Ajouter à cette dernière 10ml d'éthanol ; puis 10ml d'iode alcoolique (0.2N) ; et 30ml d'eau distillée
- Agiter énergétiquement pendant 5mn et placer le ballon à l'abri de la lumière pendant 30mn environ ;
- Titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à l'apparition de la coloration jaune ;
- Ajouter à la solution 1ml d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleue foncée.
- Continuer à titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la coloration bleue.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc. .

I.2. Les indices physiques

Annexe 04 : Détermination de la densité

Matériels et réactifs

- Balance de précision.
- Pipette graduée de 10 ml.
- béchers.

Mode opératoire

- Prélever à l'aide d'une pipette graduée 10ml d'huile ;
- Les verser dans un bécher de poids connu ;
- Mettre le bécher sur balance de précision et noter le poids de l'échantillon d'huile ;
- Refaire de nouveau l'expérience avec de l'eau distillée et noter le poids.

Annexe 5: Détermination de la viscosité

Matériels et réactifs

- Viscosimètre à bille

- Chronomètre.

Mode opératoire

- Rincer le viscosimètre à l'éthanol pur avec précaution ;
- Le laisser sécher quelques minutes sur du papier absorbant déposé sur la paillasse ;
- Utiliser la bille métallique au lieu de la bille plastique ;
- L'introduire dans le tube du viscosimètre, le remplir d'huile de tournesol et éviter la formation de bulles d'air ;
- Refermer le bouchon et mettre le tube en position horizontale ;
- Redresser le viscosimètre en position verticale doucement en faisant attention à la bille ;
- Chronométrer le temps nécessaire pour que la bille traverse les deux traits indiqués sur le viscosimètre.

Annexe 6 : Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet

Appareillage

- Spectrophotomètre UV/VIS 9200 avec possibilité de lecture pour chaque unité nanométrique.
- Cuve en quartz de 1cm d'épaisseur.
- Fiole jaugée de 10ml.

Réactifs

- Hexane.

Mode opératoire

- Dissoudre 0.1 g d'huile dans 10ml d'hexane pur;
- Régler le spectrophotomètre à 232 nm et 270 nm;
- Introduire les cuves à spectrophotomètre remplies, le blanc (hexane pur) puis les échantillons préparés un par un.

Annexe 7 : Détermination de l'humidité

Appareillage

- Balance analytique avec précision de 0,0001g.
- Capsules.
- Etuve isotherme réglée à 103 ± 2 °C.
- Dessiccateur contenant un déshydratant (le gel de silice).

Mode opératoire

- Régler l'étuve à 103 ± 2 °C ;
- Peser un bécher à vide après l'avoir lavé, séché ;
- Peser 5g d'huile dans ce bécher (soit P1 ce poids) ;
- Introduire le bécher contenant l'huile dans l'étuve pendant 1 heure ;
- Refroidir l'ensemble (bécher + huile) dans un dessiccateur, puis le peser (soit P2 son poids).

II. Analyse statistique

Annexe 8 : Analyse de variance pour d'indice d'acide

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,128	17	0,008				
VAR.FACTEUR 1	0,106	5	0,021	11,448	0,00037		
VAR.RESIDUELLE 1	0,022	12	0,002			0,043	14,31%

Groupes homogènes

Facteur : Temps de traitement thermique

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
6.0	T8	0,447	A	
5.0	T6	0,33		B
3.0	T2	0,293		B
4.0	T4	0,293		B
1.0	T	0,22		B
2.0	T30	0,22		B

Annexe 9 : Analyse de variance pour l'indice de peroxyde.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	293,516	11	26,683				
VAR.FACTEUR 1	288,484	5	57,697	68,806	0,00012		
VAR.RESIDUELLE 1	5,031	6	0,839			0,916	9,83%

Groupes homogènes**Facteur :** Temps de traitement thermique

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
6.0	T8	14,25	A		
5.0	T6	13,5	A		
4.0	T4	12,75	A		
3.0	T2	8,625		B	
2.0	T30	6,5		B	
1.0	T	0,25			C

Annexe 10 : Analyse de variance pour l'indice d'iode.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	5698,781	11	518,071				
VAR.FACTEUR 1	5515,589	5	1103,118	36,13	0,00044		
VAR.RESIDUELLE 1	183,192	6	30,532			5,526	8,29%

Groupes homogènes**Facteur :** Temps de traitement thermique

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
3.0	T2	91,045	A			
6.0	T8	84,065	A	B		
5.0	T6	73,28		B	C	
4.0	T4	64,08			C	
1.0	T	63,45			C	
2.0	T30	24,24				D

Annexe 11 : Analyse de variance pour la viscosité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	120,239	17	7,073				
VAR.FACTEUR 1	113,902	5	22,78	43,141	0		
VAR.RESIDUELLE 1	6,337	12	0,528			0,727	1,78%

Groupes homogènes**Facteur :** Temps de traitement thermique

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
6.0	T8	45,163	A			
5.0	T6	43,007		B		
4.0	T4	41,067			C	
2.0	T30	38,813				D
3.0	T2	38,68				D
1.0	T	38,44				D

Annexe 12 : Analyse de variance pour l'extinction spécifique dans l'ultraviolet a 232nm

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1,771	17	0,104				
VAR.FACTEUR 1	1,771	5	0,354	63797,05	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0	12	0			0,002	0,22%

Groupes homogènes**Facteur :** Temps de traitement thermique

F1	LIBELLE S	MOYENN ES	GROUPES HOMOGENES						
6.0	T8	1,66	A						
5.0	T6	1,21		B					
4.0	T4	1,15			C				
3.0	T2	0,953				D			
2.0	T30	0,88					E		
1.0	T	0,66							F

Annexe 13 : Analyse de variance pour l'extinction spécifique dans l'ultraviolet a 270nm

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,474	17	0,028				
VAR.FACTEUR 1	0,318	5	0,064	4,883	0,01161		
VAR.RESIDUELLE 1	0,156	12	0,013			0,114	4,39%

Groupes homogènes**Facteur :** Temps de traitement thermique

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	T	2,697	A	
2.0	T30	2,69	A	
4.0	T4	2,64	A	
5.0	T6	2,623	A	
3.0	T2	2,62	A	
6.0	T8	2,307		B

Annexe 14 : Analyse de variance pour l'humidité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,712	11	0,065				
VAR.FACTEUR 1	0,64	5	0,128	10,674	0,00693		
VAR.RESIDUELLE 1	0,072	6	0,012			0,11	51,35%

Groupes homogènes**Facteur :** Temps de traitement thermique

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	T30	0,695	A	
6.0	T8	0,235		B
1.0	T	0,22		B
3.0	T2	0,065		B
5.0	T6	0,045		B
4.0	T4	0,02		B

Résumé

Notre étude a porté sur une des huiles alimentaires raffinées commercialisées en Algérie. C'est une huile de soja de marque « elio » largement utilisée dans la préparation des aliments. L'objectif de cette étude consiste à évaluer l'effet du traitement thermique sur ses caractéristiques physico-chimiques. La température de l'huile est portée à 180°C (température de friture) dans une friteuse ouverte pendant 8 heures en continue.

Le niveau d'altération de cette huile durant son traitement thermo-oxydatif est déterminé grâce au suivi de l'évolution des paramètres physiques (densité, viscosité, l'extinction spécifique à 270 nm et à 232nm) et chimiques (indice d'acide, indice de peroxyde, indice d'iode,).

Le fait marquant de cette étude est l'accumulation des produits primaire d'oxydation à faible poids moléculaire dans l'huile après un chauffage de 8 heures en continue. En effet, l'indice de peroxydes continue d'augmenter jusqu'à la fin du traitement thermique. Ceci pourrait expliquer la modification légère des caractéristiques physiques et organoleptique de l'huile thermo-oxydée.

Abstract

Our study focused on one of the refined food oils marketed in Algeria. It is a soybean oil brand "elio" widely used in the preparation of food. The objective of this study is to assess the effect of heat treatment on its physicochemical characteristics. The temperature of the oil was raised to 180°C (frying temperature) in an open fryer for 8 hours continuously.

The level of alteration of this oil during its thermo-oxidative treatment is determined by monitoring the evolution of physical parameters (density, viscosity, specific extinction at 270 nm and 232nm) and chemical parameters (acid number, peroxide number, iodine number).

The most striking feature of this study is the accumulation of low molecular weight primary oxidation products in the oil after 8 hours of continuous heating. Indeed, the peroxide value continues to increase until the end of the heat treatment. This could explain the slight modification of the physical and organoleptic characteristics of the thermo-oxidized oil.